

**IRON-BASE POWDER MIXTURE FOR POWDER METALLURGY,  
EXCELLENT IN FLOWABILITY AND COMPACTIBILITY, ITS  
PRODUCTION, AND PRODUCTION OF GREEN COMPACT**

Patent Number: JP10317001

Publication date: 1998-12-02

Inventor(s): OZAKI YUKIKO;; UENOSONO SATOSHI;; OGURA KUNIAKI

Applicant(s): KAWASAKI STEEL CORP

Requested

Patent: ☐ JP10317001

Application

Number: JP19980071000 19980319

Priority Number  
(s):IPC B22F1/00; B22F1/02; B22F3/02; C10M105/24; C10M105/68; C10M127/04; C10M131/00;  
Classification: C10M139/00; C10M139/04; C10M155/02; C10M159/04; C10M171/06

EC

Classification:

Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an iron-base powder mixture for powder metallurgy, excellent in warm flowability as well as in flowability at room temp., capable of reducing extracting force at the tin of compaction, and improved in compactibility, its production, and production of a high density green compact.

**SOLUTION:** In the iron-base powder mixture containing an iron-base powder, a lubricant, and an alloying powder, one or more kinds selected from the iron-base powder, the lubricant, and the alloying powder are coated, desirably, with a surface treating agent consisting of one or more kinds selected from organoalkoxysilane, organosilazane, titanate-type coupling agent, and fluorine-type coupling agent. It is more desirable that the iron-base powder mixture contains the lubricant melted and sticking to the iron-base powder, the alloying powder adhering to the iron-base powder via the lubricant and the liberated lubricant powder. This iron-base powder mixture is press-compacted at the temp. not lower than the lowest melting point of the contained lubricant and lower than the highest melting point of the lubricant.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-317001

(43)公開日 平成10年(1998)12月2日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup> 識別記号  
 B 2 2 F 1/00  
 1/02  
 3/02  
 C 1 0 M 105/24  
 105/68

F I  
 B 2 2 F 1/00 F  
 1/02 B  
 C 1 0 M 105/24  
 105/68  
 127/04

審査請求 未請求 請求項の数28 O L (全 47 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平10-71000

(22)出願日 平成10年(1998)3月19日

(31)優先権主張番号 特願平9-66767

(32)優先日 平9(1997)3月19日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000001258

川崎製鉄株式会社

兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

(72)発明者 尾崎 由紀子

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

(72)発明者 上ノ菌 聡

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

(72)発明者 小倉 邦明

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

(74)代理人 弁理士 小林 英一

(54)【発明の名称】 流動性と成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物、その製造方法および成形体の製造方法

## (57)【要約】

【課題】 室温および温間において、優れた流動性が得られ、さらには成形時の抜出力低減が可能な成形性が改善された粉末冶金用鉄基粉末混合物およびその製造方法と高密度成形体の製造方法を提供する。

【解決手段】 鉄基粉末と潤滑剤と合金用粉末を含む鉄基粉末混合物において、前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる1種以上が、好ましくは、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤から選ばれる1種以上である表面処理剤によって被覆され、さらに好ましくは鉄基粉末に溶融・固着した潤滑剤と、該潤滑剤により鉄基粉末に付着した合金用粉末と、遊離した潤滑剤粉末とする。このような鉄基粉末混合物を、含まれる潤滑剤の最低融点以上でかつ最高融点未満で加圧成形する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 鉄基粉末と潤滑剤と合金用粉末を含む鉄基粉末混合物であって、前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる1種以上が、下記表面処理剤の内から選ばれる1種以上の表面処理剤によって被覆された粉末であることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

記

表面処理剤：オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤

【請求項2】 鉄基粉末と、該鉄基粉末に溶解・固着した潤滑剤と、該潤滑剤により鉄基粉末に付着した合金用粉末と、遊離した潤滑剤粉末と、を含む鉄基粉末混合物であって、前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる1種以上が、下記表面処理剤の内から選ばれる1種以上の表面処理剤によって被覆された粉末であることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

記

表面処理剤：オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤

【請求項3】 前記1種以上の表面処理剤に代えて、鉱物油またはシリコンオイルを表面処理剤とすることを特徴とする請求項1または2に記載の粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項4】 前記鉱物油が、アルキルベンゼンであることを特徴とする請求項3に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項5】 前記オルガノアルコキシシランが置換および非置換の有機基を有するものから選ばれる1種以上であることを特徴とする請求項1または2に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項6】 前記有機基の置換基が、アクリル基、エポキシ基およびアミノ基のいずれかであることを特徴とする請求項5に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項7】 前記潤滑剤が、脂肪酸アミドおよび／または金属石鹸であることを特徴とする請求項1ないし6のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項8】 前記潤滑剤が、さらに加えて、層状の結晶構造を有する無機化合物、層状の結晶構造を有する有機化合物、熱可塑性樹脂および熱可塑性エラストマーから選ばれる1種以上を含むことを特徴とする請求項7に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項9】 前記潤滑剤が、さらに加えて、脂肪酸を含むことを特徴とする請求項7または8に記載の流動性

および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項10】 前記脂肪酸アミドが、脂肪酸モノアミドおよび脂肪酸ビスアミドから選ばれる1種以上であることを特徴とする請求項7ないし9のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項11】 前記層状の結晶構造を有する無機化合物が、黒鉛、フッ化炭素および $\text{MoS}_2$ から選ばれる1種以上であることを特徴とする請求項8ないし10のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項12】 前記層状の結晶構造を有する有機化合物が、メラミン-シアヌル酸付加化合物および／またはN-アルキルアスパラギン酸- $\beta$ -アルキルエステルであることを特徴とする請求項8ないし11のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項13】 前記熱可塑性樹脂が、粒径が $30\mu\text{m}$ 以下の粉末状のポリスチレン、ナイロン、ポリエチレンおよびフッ素樹脂から選ばれる1種以上であることを特徴とする請求項8ないし12のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項14】 前記熱可塑性エラストマーが、粒径が $30\mu\text{m}$ 以下の粉末状の熱可塑性エラストマーであることを特徴とする請求項8ないし13のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項15】 前記熱可塑性エラストマーが、スチレン系熱可塑性エラストマー、オレフィン系熱可塑性エラストマー、アミド系熱可塑性エラストマーおよびシリコン系熱可塑性エラストマーから選ばれる1種以上であることを特徴とする請求項8ないし14のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項16】 前記遊離した潤滑剤粉末が、潤滑剤の合計重量に対して、25重量%以上、80重量%以下であることを特徴とする請求項2ないし15のいずれかに記載の粉末冶金用鉄基粉末混合物。

【請求項17】 鉄基粉末に溶解・固着した潤滑剤で合金用粉末を付着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、前記鉄基粉末および合金用粉末の少なくともいずれかを表面処理剤で被覆した後、前記鉄基粉末および合金用粉末に前記潤滑剤群Aの中から選ばれる少なくとも1種以上の潤滑剤を加えて1次混合し、1次混合後の混合物を、前記潤滑剤の内少なくとも1種の潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌して前記潤滑剤の内少なくとも1種の潤滑剤を溶解し、溶解後の混合物を混合しながら冷却し、前記鉄基粉末の表面に、溶解・固着した前記潤滑剤で前記合金用粉末を付着し、さらに、下記潤滑剤群Aの中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて2次混合することを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

記

潤滑剤群A：脂肪酸アミド、金属石鹸、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物および層状の結晶構造を有する有機化合物

【請求項18】 鉄基粉末に溶解・固着した潤滑剤で合金用粉末を付着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、前記鉄基粉末および合金用粉末の少なくともいずれかを表面処理剤で被覆した後、前記鉄基粉末および合金用粉末に脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石鹸の中から選ばれる少なくとも1種以上の潤滑剤を加えて1次混合し、1次混合後の混合物を、前記潤滑剤の内少なくとも1種の潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌して前記潤滑剤の内少なくとも1種の潤滑剤を溶解し、溶解後の混合物を混合しながら冷却し、前記鉄基粉末の表面に、溶解・固着した前記潤滑剤で前記合金用粉末を付着し、さらに、脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石鹸の中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて2次混合することを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

【請求項19】 前記1次混合する潤滑剤を、脂肪酸アミドおよび下記潤滑剤群Aの中から選ばれた前記脂肪酸アミドよりも融点の高い潤滑剤1種以上とすることを特徴とする請求項17に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

記

潤滑剤群A：脂肪酸アミド、金属石鹸、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物および層状の結晶構造を有する有機化合物

【請求項20】 前記1次混合する潤滑剤を、金属石鹸および下記潤滑剤群Aの中から選ばれた前記金属石鹸よりも融点の高い潤滑剤1種以上とすることを特徴とする請求項17に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

記

潤滑剤群A：脂肪酸アミド、金属石鹸、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物および層状の結晶構造を有する有機化合物

【請求項21】 鉄基粉末に溶解・固着した潤滑剤で合金用粉末を付着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、前記鉄基粉末および合金用粉末に、下記潤滑剤群Aの中から選ばれる少なくとも1種以上の潤滑剤を加えて1次混合し、1次混合後の混合物を、前記潤滑剤の内少なくとも1種の潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌して前記潤滑剤の内少なくとも1種の潤滑剤を溶解し、溶解後の混合物を混合しながら冷却し、冷却過程の100～140℃の温度域で表面処理剤を添加混合するとともに前記鉄基粉末の表面に、溶解・固着した前記潤滑剤で前記合金用粉末を付着し、さらに、下記潤滑剤群Aの中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて2次混合することを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金

用鉄基粉末混合物の製造方法。

記

潤滑剤群A：脂肪酸アミド、金属石鹸、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物および層状の結晶構造を有する有機化合物

【請求項22】 鉄基粉末に溶解・固着した潤滑剤で合金用粉末を付着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、前記鉄基粉末および合金用粉末に、脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石鹸の中から選ばれる少なくとも1種以上の潤滑剤を加えて1次混合し、1次混合後の混合物を、前記潤滑剤の内少なくとも1種の潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌して前記潤滑剤の内少なくとも1種の潤滑剤を溶解し、溶解後の混合物を混合しながら冷却し、冷却過程の100～140℃の温度域で表面処理剤を添加混合するとともに前記鉄基粉末の表面に、溶解・固着した前記潤滑剤で前記合金用粉末を付着し、さらに、脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石鹸の中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて2次混合することを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

【請求項23】 前記1次混合する潤滑剤を、脂肪酸アミドおよび下記潤滑剤群Aの中から選ばれた前記脂肪酸アミドよりも融点の高い潤滑剤1種以上とすることを特徴とする請求項21に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

記

潤滑剤群A：脂肪酸アミド、金属石鹸、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物および層状の結晶構造を有する有機化合物

【請求項24】 前記1次混合する潤滑剤を、金属石鹸および下記潤滑剤群Aの中から選ばれた前記金属石鹸よりも融点の高い潤滑剤1種以上とすることを特徴とする請求項21に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

記

潤滑剤群A：脂肪酸アミド、金属石鹸、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物および層状の結晶構造を有する有機化合物

【請求項25】 前記表面処理剤が、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤から選ばれる1種以上である請求項17ないし24のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

【請求項26】 前記表面処理剤が、鉍物油またはシリコンオイルである請求項17ないし24のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

【請求項27】 前記2次混合時に加える潤滑剤の重量比率を、該潤滑剤の重量と前記1次混合時に加える潤滑剤の重量との合計に対し、25重量%以上、80重量%以下と

することを特徴とする請求項17ないし26のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

【請求項28】 鉄基粉末混合物を加圧成形し成形体とする鉄基粉末成形体の製造方法において、請求項2ないし16のいずれかに記載の鉄基粉末混合物を使用し、前記加圧成形の温度を、前記鉄基粉末混合物中に含まれる潤滑剤の最低融点以上最高融点未満の温度範囲とすることを特徴とする高密度鉄基粉末成形体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、鉄粉、合金鋼粉などの鉄基粉末に、黒鉛粉、銅粉などの合金用粉末および潤滑剤を添加・混合した粉末冶金用鉄基粉末混合物に関し、さらに詳しくは、前記添加物の偏析および発塵（ダスト）の発生が少なく、かつ常温から200℃程度の温度までの広い温度範囲で流動性および成形性が極めて優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物に関する。

【0002】

【従来の技術】粉末冶金用鉄基粉末混合物は、鉄粉に銅粉、黒鉛粉、燐化鉄粉などの合金粉末と、さらに必要に応じて切削性改善用粉末に加えて、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸鉛などの潤滑剤を混合して製造するのが一般的である。このような潤滑剤は金属粉末との混合性や焼結時の散逸性などから選択されてきた。

【0003】近年、焼結部材に対する高強度化の要求の高まりと共に、特開平2-156002号、特公平7-103404号、USP第5,256,185号、USP第5,368,630号公報に開示されたように、金属粉末を加熱しつつ成形することにより、成形体の高密度かつ高強度化を可能にする温間成形技術が提案された。該成形法における潤滑剤は、金属粉末との混合性、焼結時の散逸性といった観点以外に、加熱時の潤滑性が重視されている。

【0004】すなわち、温間成形時に潤滑剤の一部または全部を溶解させて金属粉末粒子間に潤滑剤を均一に分散させ、粒子間および成形体と金型の間の摩擦抵抗を下げ、成形性を向上させるものである。しかし、このような金属粉末混合物は、以下のような欠点を有する。すなわち、まず、このような金属粉末混合物は合金用粉末などの原料混合物が偏析を生じる問題点があることである。

【0005】偏析について述べると、粉末混合物は粒径、粒子形状および粒子密度の異なる粉末を含んでいるため、混合後の輸送、ホッパへの装入、払出し、または成形処理などの際に、容易に偏析が生じてしまう。例えば、鉄基粉末と黒鉛粉との混合物は、トラック輸送中の振動によって、輸送容器内において偏析が起こり、黒鉛粉が浮かび上がることは良く知られている。また、ホッパに装入された黒鉛はホッパ内偏析のため、ホッパより

排出する際、排出の初期、中期、終期でそれぞれ黒鉛粉の濃度が異なることも知られている。これらの偏析に起因して、製品は組成にばらつきを生じ、寸法変化および強度のばらつきが大きくなり、不良品発生の原因となる。

【0006】また、黒鉛粉などはいずれも微粉末であるため、混合物の比表面積を増大させ、その結果、流動性が低下する。このような流動性の低下は、成形用金型への充填速度を低下させるため、圧粉体の生産速度を低下させてしまうという欠点もある。このような粉末混合物の偏析を防止する技術として、特開昭56-136901号公報や特開昭58-28321号公報に開示されたような結合剤を用いる技術があるが、粉末混合物の偏析を十分に改善するように結合剤の添加量を増加させると、粉末混合物の流動性が低下する問題点がある。

【0007】また、本発明者らは、先に特開平1-165701号公報、特開平2-47201号公報において、金属石鹸またはワックスとオイルとの共溶融物を結合剤として用いる方法を提案した。これらの技術は、粉末混合物の偏析と発塵を格段に低減することができると共に、流動性を改善することができるものである。

【0008】しかし、これらの方法では上述の偏析を防止する手段に起因して、粉末混合物の流動性が経時的に変化する問題があった。そこで、さらに本発明者らは特開平2-57602号公報において提案したような、高融点のオイルと金属石鹸の共溶融物を結合剤に用いる方法を開発した。その技術は、共溶融物の経時変化が少なく、粉末混合物の流動性の経時的な変化が低減されるものである。しかし、その技術では常温では固体である高融点の飽和脂肪酸と金属石鹸とを鉄基粉末と混合するので、粉末混合物の見掛け密度が変化するという別の問題があった。

【0009】この問題を解決するため本発明者らは特開平3-162502号公報にて、鉄基粉末表面を脂肪酸で被覆した後、鉄基粉末表面に添加物を脂肪酸と金属石鹸との共溶融物で付着させ、さらにその外表面に金属石鹸を添加するという方法を提案した。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】上記特開平2-57602号公報や特開平3-162502号公報の技術によって、偏析、発塵等の問題はかなり解決した。しかしながら、流動性、とりわけ混合粉末を150℃程度まで加熱し、同じく加熱した金型内へ充填した後成形する、いわゆる温間成形における加熱時の流動性が不十分であった。

【0011】温間成形における成形性を改善した、特開平2-156002号公報、特開平7-103404号公報、USP5,256,185号公報、およびUSP5,368,630号公報においても、低融点の潤滑剤成分が粒子間に液架橋を形成するため、金属粉末混合粉の温間での流動性が悪かった。流動性が不十分であると、圧粉成形体の生産性が阻害するば

かりでなく、成形体の密度にばらつきを生じ、焼結体の特性が変動する原因になるので問題であった。

【0012】前記した特開平 2-156002号公報などで開示された温間成形技術は、高密度かつ高強度の鉄基粉末成形体の製造法であるが、成形時の抜出力が高いという難点があり、成形体表面のキズの発生や金型の寿命の短命化といった問題があった。本発明の第1の課題は、室温のみならず温間においても流動性が優れる粉末冶金用鉄基粉末およびその製造方法を提供することである。

【0013】本発明の第2の課題は、室温のみならず温間においても成形時の抜出力が小さく、圧粉体密度が高い、成形性を改善した粉末冶金用鉄基粉末混合粉およびその製造方法を提供することである。本発明の第3の課題は、上記した鉄基粉末混合粉を用いて、高密度鉄基粉末成形体を製造する製造方法を提供することである。

【0014】

【課題を解決するための手段】まず、第1の課題解決のため、本発明者らは、潤滑剤等の有機化合物を混合した金属粉末の流動性が混合していない金属粉末に比べて極端に悪くなる原因について研究した。その結果、金属粉末と有機化合物の摩擦抵抗および付着力が大なるためであることを知見し、両者の摩擦抵抗・付着力の低減策を種々検討した。

【0015】その結果、高温領域（200℃程度）まで安定なある種の有機化合物で金属粉末粒子の表面を表面処理（被覆）すれば、摩擦抵抗が低減し、さらには、金属粉末粒子表面の表面電位を有機化合物（前記表面処理剤を除く）の表面電位に近づけて、混合時における異種粒子間の接触帯電が抑制され、静電気力による粒子間付着が阻止されることを突き止めた。

【0016】また、第2の課題である成形性の改善のために、種々の固体潤滑剤の効果を把握し、（1）室温および温間においては、層状の結晶構造を有する無機または有機化合物が、また、（2）温間では100℃以上で塑性変形をする熱可塑性樹脂またはエラストマーが、成形時の抜出力を低減し、成形性を向上させることを見出した。

【0017】さらに、流動性の改善のために施す上記表面処理によって、金属粉末表面を被覆することが、副次的に成形時の抜出力を低減し、成形性を向上させる効果をも有することを見出した。すなわち、第1の発明は鉄基粉末と潤滑剤と合金用粉末を含む鉄基粉末混合物であって、前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる1種以上が、次にあげる表面処理剤、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤の内から選ばれる1種以上の表面処理剤によって被覆された粉末であることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物であり、前記1種以上の表面処理剤を鉱物油またはシリコンオイルとしてもよい。

【0018】第2の発明は、鉄基粉末と、該鉄基粉末に溶融・固着した潤滑剤と、該潤滑剤により鉄基粉末に付着した合金用粉末と、遊離した潤滑剤粉末と、を含む鉄基粉末混合物であって、前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる1種以上が、次に示す表面処理剤、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤の内から選ばれる1種以上の表面処理剤によって被覆された粉末であることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物であり、前記1種以上の表面処理剤を鉱物油またはシリコンオイルとしてもよい。第1および第2の発明における、前記オルガノアルコキシシランとは、 $R_4-n-Si(OC_nH_{2n+1})_n$

〔Rは有機基、n、mは整数、 $m=1\sim3$ ）なる構造を有する物質で、有機基Rは置換基を有していても有していなくても良いが、本発明においては、特に非置換のものが、より好ましい。前記した置換基としては、アクリル基またはエポキシ基またはアミノ基であるオルガノアルコキシシランの内から選ばれる1種以上であることがより好ましい。また、前記鉱物油としては、アルキルベンゼンが好ましい。

【0019】前記オルガノシラザンとしては、一般式  $R_nSi(NH_2)_{4-n}, (R_3Si)_2NH, R_3SiNH(R_2SiNH)_nSiR_3, (R_2SiNH)_n, R_3SiNH(R_2SiNH)_nSiR_3$  で表されるオルガノシラザンが例示され、前記鉱物油としては、アルキルベンゼンがより好ましい。また、第1および第2の発明では、前記潤滑剤は、脂肪酸アミドおよび／または金属石鹸とするのが好ましく、あるいはさらに加えて、層状の結晶構造を有する無機化合物、層状の結晶構造を有する有機化合物、熱可塑性樹脂および熱可塑性エラストマーから選ばれる1種以上を含むものとするのが好ましい。また、前記潤滑剤は、脂肪酸アミドおよび／または金属石鹸、さらに加えて、脂肪酸を含むものとしてもよい。

【0020】また、前記脂肪酸アミドの含有率は0.01～1.0wt %、金属石鹸の含有率は0.01～1.0wt %とするのがより好ましい。前記脂肪酸アミドとしては、脂肪酸モノアミドおよび脂肪酸ビスアミドから選ばれる1種以上が好ましい。前記層状の結晶構造を有する無機化合物としては、黒鉛、フッ化炭素および $MoS_2$ から選ばれる1種以上が好ましく、また、前記層状の結晶構造を有する有機化合物としては、メラミンシアヌル酸付加化合物（MCA）またはN-アルキルアスパラギン酸-β-アルキルエステルが好ましい。

【0021】前記熱可塑性樹脂としては、粒径が30μm以下の粉末状のポリスチレン、ナイロン、ポリエチレンおよびフッ素樹脂から選ばれる1種以上が好ましい。前記熱可塑性エラストマーとしては、粒径が30μm以下の粉末状の熱可塑性エラストマーが好ましい。さらに、前記熱可塑性エラストマーが、スチレン系熱可塑性エラストマー、オレフィン系熱可塑性エラストマー、アミド系

熱可塑性エラストマーおよびシリコン系熱可塑性エラストマーから選ばれる1種以上とすることが、より好ましい。

【0022】前記脂肪酸としては、リノール酸、オレイン酸、ラウリン酸、ステアリン酸などが好ましく用いられる。前記遊離した潤滑剤粉末は、潤滑剤の合計重量に対して、25重量%以上、80重量%以下が好ましい。前記した第1および第2の発明の鉄基粉末混合物は、下記に示す第3の発明～第4の発明の製造方法で製造することができる。

【0023】第3の発明は、流動性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法である。すなわち、鉄基粉末にその一部または全部が溶解することによって固着した潤滑剤で合金用粉末を付着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、前記鉄基粉末および合金用粉末の少なくともいずれかを表面処理剤で被覆した後、下記に示す潤滑剤群Aの中から選ばれる少なくとも1種以上の潤滑剤を加えて1次混合し、1次混合後の混合物を、前記潤滑剤の内少なくとも1種の潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌して前記潤滑剤の内少なくとも1種の潤滑剤を溶解し、溶解後の混合物を混合しながら冷却し、前記鉄基粉末の表面に、溶解し固着した前記潤滑剤で前記合金用粉末を、場合によっては未溶解の潤滑材をも、固着し、さらに、下記潤滑剤群Aの中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて2次混合することを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法である。なお、前記した潤滑剤群Aは、脂肪酸アミド、金属石鹸、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物および層状の結晶構造を有する有機化合物からなる群である。

【0024】第3の発明では、前記1次混合する潤滑剤を、脂肪酸アミドおよび前記した潤滑剤群Aの中から選ばれた前記脂肪酸アミドよりも融点の高い潤滑剤1種以上とするのが好ましく、また、前記1次混合する潤滑剤を、金属石鹸および前記した潤滑剤群Aの中から選ばれた前記金属石鹸よりも融点の高い潤滑剤1種以上とするのが好ましい。

【0025】また、第3の発明では、前記1次混合する潤滑剤を、脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石鹸の中から選ばれる少なくとも1種以上の潤滑剤とし、前記2次混合する潤滑剤を脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石鹸の中から選ばれる少なくとも1種以上の潤滑剤としてもよい。また、第3の発明では、前記1次混合の前に行っていた表面処理を、前記1次混合ののち行うこともできる。

【0026】第4の発明は、鉄基粉末にその1部または全部が溶解することによって固着した潤滑剤で合金用粉末を付着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、前記鉄基粉末および合金用粉末に、前記した潤滑剤群Aの中から選ばれる少なくとも1種以上の潤滑剤を加えて1次混合し、1次混合後の混合物を、前記潤滑剤

の内少なくとも1種の潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌して前記潤滑剤の内少なくとも1種の潤滑剤を溶解し、溶解後の混合物を混合しながら冷却し、冷却過程の100～140℃の温度域で表面処理剤を添加混合し、その後冷却して前記鉄基粉末の表面に、溶解後固着した前記潤滑剤で前記合金用粉末を、場合によっては未溶解の潤滑材を固着させ、さらに、前記した潤滑剤群Aの中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて2次混合することの特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法である。

【0027】第4の発明では、前記1次混合する潤滑剤を、脂肪酸アミドおよび前記潤滑剤群Aの中から選ばれた前記脂肪酸アミドよりも融点の高い潤滑剤1種以上とするのが好ましい。また、第4の発明では、前記1次混合する潤滑剤を、金属石鹸および前記潤滑剤群Aの中から選ばれた前記金属石鹸よりも融点の高い潤滑剤1種以上とするのが好ましい。

【0028】第3の発明および第4の発明では、前記表面処理剤を、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤から選ばれる1種以上とするのが好ましく、また、前記表面処理剤を、鉱物油またはシリコンオイルとしてもよく、また、前記2次混合時に加える潤滑剤の重量比率を、該潤滑剤の重量と前記1次混合時に加える潤滑剤の重量との合計に対し、25重量%以上、80重量%以下とするのが好ましい。

【0029】第5の発明は、上記したいずれかの鉄基粉末混合物を加圧成形し成形体とするに際し、前記加圧成形の温度を、前記鉄基粉末混合物中に含まれる2種以上の潤滑剤の最低融点以上最高融点未満の温度範囲とすることを特徴とする高密度鉄基粉末成形体の製造方法である。以上の第1～第5の本発明においては、鉄基粉末としては、アトマイズ鉄粉または還元鉄粉などの純鉄粉、または部分拡散合金化鋼粉または完全合金化鋼粉などが好ましい。

【0030】また、本発明の合金用粉末としては、黒鉛粉末、銅粉末、亜酸化銅粉末以外に、MnS粉末、Mo粉末、Ni粉末、B粉末、BN粉末、ホウ酸粉末などが例示され、それらを併用することもできる。また、本発明の合金用粉末として少なくとも黒鉛粉末あるいはさらに、銅粉末または亜酸化銅粉末を含むことにより焼結体の強度を上昇させることができる。なお、黒鉛粉末の含有率は0.05～1wt%であることが、より好ましい。

【0031】潤滑剤としては、脂肪酸アミドと金属石鹸との共溶解物、または融点の異なる2種以上の潤滑剤の部分溶解物を使用しても良く、これにより、鉄基粉末混合物の偏析、発塵が効果的に防止され、かつ流動性、成形性がさらに向上する。潤滑剤として、脂肪酸アミドおよび/または金属石鹸を用いる場合、脂肪酸アミドの含有率が0.01～1.0wt%、金属石鹸の含有率が0.01～1.0wt%



t %であることが好ましい。

【0032】なお、脂肪酸アミドとしては、エチレンビスステアリン酸アミド、金属石鹸としては、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸リチウムがとりわけ好ましい。

【0033】

【発明の実施の形態】以下、本発明をさらに詳細に説明する。本発明は、鉄基粉末と潤滑剤と合金用粉末を含む鉄基粉末混合物において、前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる1種以上が表面処理剤によって被覆された粉末から構成される流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物である。

【0034】また、本発明は、鉄基粉末と、該鉄基粉末に溶解することによって固着した潤滑剤と、該潤滑剤により鉄基粉末に付着した合金用粉末と、遊離した潤滑剤粉末と、を含む鉄基粉末混合物であって、前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる1種以上が表面処理剤によって被覆された粉末で構成された流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物とするのが好ましい。

【0035】本発明における鉄基粉末としては、アトマイズ鉄粉または還元鉄粉などの純鉄粉、または部分拡散合金化鋼粉、または完全合金化鋼粉、またはこれらの混合粉が好ましく用いられる。部分拡散合金化鋼粉としては、特に、Cu、Ni、Moの1種以上を部分合金化した鋼粉が好適であり、完全合金化鋼粉としては、特に、Mn、Cu、Ni、Cr、Mo、V、Co、Wの1種以上を含む合金鋼粉が好適である。

【0036】本発明の前記した表面処理剤の添加率、および鉄基粉末混合物中における、前記した潤滑剤、合金用粉末の各含有率は下記範囲であることが好ましい。表面処理剤の添加率は、処理粉末100wt %に対して、0.001 ~ 1.0 wt %であることが好ましい。0.001wt %未満の場合は、流動性が低下し、1.0 wt %超えの場合も流動性が低下する。

【0037】潤滑剤の含有率は、合計量として、鉄基粉末100wt %に対して0.1 ~ 2.0wt %であることが好ましい。0.1 wt %未満の場合は、成形性が低下し、2.0wt %超えの場合は圧粉密度が低下し、圧粉体の強度が低下する。合金用粉末の含有率は、鉄基粉末100wt %に対して0.1 ~ 10wt %であることが好ましい。これは、黒鉛粉末、Cu、Mo、Niなどの金属粉末、B粉末などの合金用粉末を0.1 wt %以上含有することにより、得られる焼結体の強度が優れるためであり、逆に10wt %を超えると焼結体の寸法精度が低下するためである。

【0038】また、本発明の鉄基粉末混合物中には、前記潤滑剤の一部または全てとして、金属石鹸および脂肪酸アミドから選ばれる1種以上を含有することが好ましい。前記金属石鹸の含有率は、好ましくは、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ヒドロキシステアリン

酸リチウム、ステアリン酸カルシウム、ラウリン酸カルシウムなどから選ばれる金属石鹸を、鉄基粉末混合物中に鉄基粉末100wt %に対し0.01~1.0 wt %の含有率で含むことが、より好ましい。これは、金属石鹸を0.01wt %以上含有することにより、流動性が改善され、逆に1.0 wt %を超えると圧粉体の強度が低下するためである。

【0039】前記脂肪酸アミドの含有率は、好ましくは、脂肪酸モノアミドおよび脂肪酸ビスアミドから選ばれる脂肪酸アミドを、鉄基粉末混合物中に鉄基粉末100wt %に対し0.01~1.0wt %の含有率で含むことが好ましい。これは、脂肪酸アミドを0.01wt %以上含有することにより、成形性が向上し、逆に1.0 wt %を超えると圧粉体の密度が低下するためである。

【0040】前記脂肪酸としては、リノール酸、オレイン酸、ラウリン酸、ステアリン酸などが好ましく用いられる。以下、さらに、本発明の前記した構成に伴う効果発現の理由について述べる。まず、本発明における表面処理剤の効果について説明する。前述のように、一般に潤滑剤等の有機化合物を混合した金属粉末の流動性は、混合していない金属粉末に比べて極端に悪くなる。

【0041】これは、金属粉末と有機化合物の間の摩擦抵抗および付着力が大なるためであり、金属粉末の表面をある種の有機化合物で表面処理（被覆）して摩擦抵抗を減少するとともに、金属粉末表面の表面電位を有機化合物（前記表面処理剤を除く）表面電位に近づけて混合時における異種粒子間の接触帯電を抑制することで、静電気力による粒子間付着を阻止し、両者の複合効果により混合粉末の流動性を改善することができる。とりわけ、温間成形にも対応し得るように常温から200℃程度の温度領域まで安定した流動性を確保することができる。

【0042】次に、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤を鉄基粉末の表面に被覆することにより流動性が広い温度領域に渡って改善される理由についてさらに詳細に述べる。なお、前記オルガノアルコキシシランの有機基は、置換基を有していても有していなくても良い。

【0043】上記表面処理剤は、嵩高な分子構造により潤滑機能を有する上、脂肪酸や鉱物油等と比べ、高温域で安定なため、室温からおおよそ200℃の広い温度範囲で潤滑機能を発揮する。特に、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、およびチタネート系またはフッ素系カップリング剤は、金属粉末表面に存在する水酸基と前記表面処理剤分子中、所定の官能基との縮合反応により金属粉末粒子表面に有機化合物が化学結合することにより表面改質を行うもので、高温においても粒子表面から剥がれたり流れることがなく、高温での表面改質効果が顕著である。

【0044】オルガノアルコキシシランとしては、有機



基が非置換のもの、有機基の置換基がアクリル基、エポキシ基、アミノ基のいずれでもよいが、特に非置換のものが好ましい。これらは異種のを混合して使用することもできるが、エポキシ基を有するものとアミド基を有するものは互いに反応し、変質するので混合には適さない。

【0045】なお、オルガノアルコキシシランの中のアルコキシ基( $C_n H_{2n+1} O-$ )の数は、少ない方が好ましい。有機基が非置換のものとしては、メチルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルジメトキシシランが例示される。また、有機基の置換基がアクリル基のものとしては、 $\gamma$ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、エポキシ基のものとしては、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、アミノ基のものとしては、N- $\beta$  (アミノエチル)  $\gamma$ -アミノプロピルトリメトキシシランなどを使用できる。

【0046】また、上記オルガノアルコキシシランの中では、有機基中の水素の一部がフッ素に置換された所謂フッ素系カップリング剤の使用も可能である。チタネート系カップリング剤としては、イソプロピルトリイソステアロイルチタネートを使用することができる。オルガノシラザンとしては、アルキルシラザンが好ましく、分子量の大きいポリオルガノシラザンも使用できる。

【0047】また、表面処理剤として、シリコンオイルが好ましいのは以下の理由による。表面処理剤としてシリコンオイルが好ましいのは、嵩高で粉末粒子表面に吸着した場合、粒子間の摩擦抵抗を下げて流動性を改善し、さらに熱的安定性から、広い温度領域で潤滑効果を有するためである。

【0048】なお、表面処理剤として使用できるシリコンオイルとしては、ジメチルシリコンオイル、メチルフェニルシリコンオイル、メチル水素シリコンオイル、環状ポリメチルシロキサン、アルキル変性シリコンオイル、アミノ変性シリコンオイル、シリコンポリエーテル共重合体、脂肪酸変性シリコンオイル、エポキシ変性シリコンオイル、フロロシリコンオイルが例示される。

【0049】また、表面処理剤として、鉱物油をもちいてもよい。鉱物油は、流動性を改善し、さらに熱的安定性から、広い温度領域で潤滑効果を有する。鉱物油としては、アルキルベンゼンが例示される。ただし、これに限定されるものではない。次に、本発明における潤滑剤の効果について説明する。まず第1に、潤滑剤は、合金用粉末を鉄基粉末に固着させる結合剤として作用する。この作用により合金用粉末の偏析や発塵が抑制できるといった効果を生じる。第2に、潤滑剤は粉末混合物を加圧成形する際における粉体の再配列・塑性変形を促進する作用を有し、それにより圧粉体密度が向上し、さらに加圧成形後の型抜きにおける抜き出し力が低減するという効果を生じる。

【0050】このような効果を得るために粉末混合物は、鉄基粉末に合金用粉末と潤滑剤とを混合し、少なくとも1種の潤滑剤の融点以上に加熱した後、冷却して製造されるのが好ましい。その際、潤滑剤が1種の場合はその潤滑剤が溶融し、潤滑剤が2種以上の場合は融点が高加熱温度以下である潤滑剤が溶融し、その溶融した潤滑剤が毛細管現象により合金用粉末をコーティングし、その後凝固する際に前記合金用粉末を、さらに2種以上の潤滑剤を含み加熱時に未溶融の潤滑剤が存在する場合には未溶融の潤滑剤を、鉄基粉末に固着する。例えば、添加した2種の潤滑剤の融点がそれぞれ100℃、146℃とすると、加熱温度を160℃として、2種とも溶融してもよく、130℃として1種を溶融してもよい。

【0051】潤滑剤を溶融させる場合に、加熱温度が250℃を超えると鉄粉の酸化が進み、圧縮性の低下を招く。このため加熱温度は250℃以下で行う必要があり潤滑剤の少なくとも1種の融点が250℃以下であることが望ましい。粉末混合物を加圧成形する際に、粉体の配列・塑性変形を促進するのは、結合剤としての潤滑剤である。そのため、潤滑剤は、鉄基粉末の表面に均一に分散させるのが望ましい。一方、加圧成形後の型抜きにおける抜き出し力を低減するものは、2次混合した鉄基粉末表面から遊離した潤滑剤と、さらに加えて、1次混合した潤滑剤のうち未溶融の潤滑剤が存在する場合にはその潤滑剤である。

【0052】これらの潤滑剤の第1および第2の作用を両立させるためには、遊離状態で鉄基粉末粒子間に存在する潤滑剤を、潤滑剤の合計量に対し、25重量%以上80重量%以下とすることが好ましい。25重量%未満では、抜き出し力の低減が不十分で、成形体表面の疵発生の原因となる。また、80重量%を越えると、合金用粉末の鉄基粉末への固着が弱くなり合金用粉末の偏析を招き、最終製品の特性のバラツキを招く。

【0053】潤滑剤は、脂肪酸アミドおよび/または金属石鹸とするのが好ましく、あるいはさらに加えて、層状の結晶構造を有する無機化合物、層状の結晶構造を有する有機化合物、熱可塑性樹脂および熱可塑性エラストマーから選ばれる1種以上を含むのが好ましい。また、前記潤滑剤は、脂肪酸アミドおよび/または金属石鹸、さらに加えて、脂肪酸を含むのが好ましい。

【0054】潤滑剤として、層状の結晶構造を有する化合物を用いることにより、成形時の抜出力が低減され、成形性が改善される理由は、成形時に剪断応力を受けた上記物質が、結晶面に沿ってへき開しやすいので成形体内部の粒子間の摩擦抵抗の低減、あるいは成形体と金型間でのすべりやすさを生じるためと考えられる。層状の結晶構造を有する無機化合物としては、黒鉛、 $MoS_2$ 、フッ化炭素のいずれでもよく、粒度は細かい程、抜出力の低減に有効である。

【0055】層状の結晶構造を有する有機化合物として

は、メラミン-シアヌル酸付加化合物(MCA)またはN-アルキルアスパラギン酸-β-アルキルエステルを使用することができる。熱可塑性樹脂または熱可塑性エストラマーを鉄基粉末および合金用粉末に混合することにより、成形時とりわけ温間成形時の抜出力が低減する。熱可塑性樹脂の特徴は、温度上昇とともに降伏応力が下がり、より低い圧力によって容易に変形する点である。粒子状の熱可塑性樹脂を金属粉末に混合し、加熱しつつ成形する温間成形において、熱可塑性樹脂粒子は、金属粒子間、あるいは金属粒子と金型壁面に於いて、容易に塑性変形し、結果的に金属面相互の摩擦抵抗を低減するのである。

【0056】熱可塑性エストラマーとは、熱可塑性樹脂(硬質相)とゴム構造を持った高分子(軟質相)との混相組織を有する材料であり、温度上昇とともに硬質相である熱可塑性樹脂の降伏応力が低下し、より低い応力で容易に変形する。したがって、粒子状の熱可塑性エストラマーを金属粒子に混合し、温間成形に供した際の効果は、上述の熱可塑性樹脂と同様である。

【0057】熱可塑性樹脂としては、ポリスチレン、ナイロン、ポリエチレンまたはフッ素樹脂の粒子が好適である。熱可塑性エストラマーとしては、硬質相として、スチレン樹脂、オレフィン樹脂、アミド樹脂またはシリコーン樹脂が好適であり、とくにスチレン-アクリル、スチレン-ブタジエン重合体が良好である。

【0058】なお、上記熱可塑性樹脂または熱可塑性エストラマーの粒子サイズは30μm以下が好適であり、望ましくは5~20μmが最適である。30μm超えの場合、金属粒子間に樹脂またはエストラマー粒子が十分に分散せず、潤滑効果が発揮されないためである。また、前記潤滑剤は、脂肪酸アミドおよび/または金属石鹸、さらに加えて、脂肪酸を含むものとしてもよい。しかし、脂肪酸を用いた場合は、低融点の物質が多いため150℃以上の高温で使用した場合、これが溶出し鉄粉粒子間を固着させ流動性を低下させる傾向にあるため、使用温度は150℃以下とすることが好ましい。

【0059】以上、本発明における表面処理剤の流動性改善効果および潤滑剤の成形性改善効果について述べたが、本発明において流動性改善を目的として用いた前記した表面処理剤の添加により、成形時の抜出力の低減という副次的効果が見出されたので、その機構について述べる。温間成形などの高密度成形においては、成形体の密度が上がるため、成形時にしばしば成形体表面の金属粉末の金型壁面への圧着が起こり、成形体抜き時の抜出力の増大、成形体のキズなどの原因となる。

【0060】これに対し、前記した表面処理剤により、金属粉末表面を予め被覆した場合、成形時には金型壁面と成形体表面の金属粉末間に被膜が存在するため、成形体表面粒子の金型への圧着が防止され、抜出力が低減され、さらには成形体のキズの発生などの問題が解消され

るものと考えられる。つぎに、本発明の鉄基粉末混合物を用いた高密度成形法について述べる。

【0061】本発明の成形体の製造方法は、上記した鉄基粉末混合物を加熱しつつ成形する温間成形法が好ましく、これにより成形体は高密度化する。温間成形法における加熱温度は、1次混合および2次混合した2種以上の潤滑剤の融点のうちの最低融点以上最高融点未満の温度範囲とすることが好ましい。1次混合および2次混合した2種以上の潤滑剤のうちの最低融点以上に加熱することにより、溶解した潤滑剤が、毛管現象によって粉体の間隙に均一に浸透し、それにより加圧成形時に粉体の再配列・塑性変形が有効に促進され、成形体は高密度化する。また、溶解する潤滑剤は合金用粉末を鉄基粉末の表面に固着する結合剤として作用した潤滑剤である。

【0062】一方、加熱温度を混合した潤滑剤の最高融点未満とすることにより、2次混合した遊離した潤滑剤、さらに加えて1次混合した固体の状態で存在する潤滑剤は、圧縮時には溶解せず圧縮により高密度化した成形体の型抜き時に金型と成形体との間隙に分散して、抜き出し時の抜出力を低減する。全ての潤滑剤の融点未満で成形した場合、溶解状態の潤滑剤が存在せず、粉体の再配列・塑性変形が進行しない。さらに、成形体の密度上昇時に粉体間隙に存在する潤滑剤が成形体表面に排出されないため、できあがった成形体の密度低下の原因となる。

【0063】また、全ての潤滑剤の融点を越えて成形した場合には、固体状態の潤滑剤が存在しないため、成形体の型抜き時に抜き出し力が増大し、成形体表面にキズが発生する。さらに、成形体の密度上昇時に、粉体間隙の溶解した潤滑剤が成形体表面に排出され、粗大な空孔が発生して焼結体の機械的特性の低下を招く。なお、潤滑剤のうち、層状の結晶構造を有する無機化合物、層状の結晶構造を有する有機化合物、および熱可塑性エストラマーに属する潤滑剤は、融点という概念が存在しない。このため、このような潤滑剤については、融点に代えて、熱分解温度または昇華開始温度を用いるものとする。

【0064】本発明の粉末冶金用鉄基粉末混合物の具体的な製造方法としては、下記実施例に例示する方法を用いることが好ましい。

【0065】

【実施例】以下、実施例に基づき本発明を具体的に説明する。

〔実施例1〕各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤をエタノール中に、シリコーンオイルまたは鉱物油をキシレン中にそれぞれ溶解し、平均粒径78μmの粉末冶金用鉄粉、または平均粒径23μm以下の天然黒鉛、または平均粒径25μm以下の銅粉に適量噴霧した。

【0066】得られた各粉末それぞれを高速ミキサーで

攪拌翼回転数：1000rpm の条件下、1分間混合した後、溶媒を真空乾燥機にて除去し、さらに前記シラン、シラザンまたはカップリング剤を噴霧したものは、約100℃で1時間加熱した。以上の処理を予備処理A1と記す。予備処理A1で添加した表面処理剤の種類および添加量を表1に示す。

【0067】表1中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。予備処理A1を施した、あるいは予備処理A1を施さない平均粒径78 $\mu\text{m}$ の粉末冶金用鉄粉と、予備処理A1を施した、あるいは予備処理A1を施さない平均粒径23 $\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛と、予備処理A1を施した、あるいは予備処理A1を施さない平均粒径25 $\mu\text{m}$ 以下の銅粉を混合し、ステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.2重量%、エチレンビスステアリン酸アミド（融点：146～147℃）0.2重量%を添加し、混合しながら110℃で加熱し、さらに混合しながら85℃以下に冷却した。

【0068】得られた各粉末混合物に対し、ステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.2重量%、ステアリン酸亜鉛（融点：116℃）0.15重量%を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（発明例1～11）。比較のために、上記予備処理A1を施さない平均粒径78 $\mu\text{m}$ の粉末冶金用鉄粉、平均粒径23 $\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛、および平均粒径25 $\mu\text{m}$ 以下の銅粉を用いて同様に上記の処理を行い、粉末混合物を得た（比較例1）。

【0069】次に、得られた各粉末混合物100gを、室温の条件下、排出孔径5mm $\Phi$ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間（流動度）を測定し、流動性を調べた。実験結果を表1に示す。比較例1と発明例1～11の比較で明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の流動性が格段に改良されている。

【0070】

【表1】

	鉄粉 (g)	表面処理剤 * (鉄粉に対しwt%)	銅粉 (g)	表面処理剤 * (銅粉に対しwt%)	黒鉛 (g)	表面処理剤 * (黒鉛粉に対しwt%)	流動性 (sec/100g)
発明例1	1000	a (0.02)	40	—	8	—	12.8
発明例2	1000	b (0.02)	40	—	8	—	12.9
発明例3	1000	c (0.02)	40	—	8	—	13.6
発明例4	1000	d (0.02)	40	—	8	—	13.3
発明例5	1000	—	40	e (0.5)	8	—	14.5
発明例6	1000	f (0.02)	40	a (0.5)	8	—	12.4
発明例7	1000	j (0.01)	40	—	8	—	14.5
発明例8	1000	—	40	—	8	c (0.4)	14.2
発明例9	1000	e (0.02)	40	—	8	c (0.4)	13.5
発明例10	1000	f (0.02)	40	a (0.5)	8	d (0.4)	12.7
発明例11	1000	f (0.02)	40	g (0.5)	8	—	14.1
比較例1	1000	—	40	—	8	—	15.1

備考） \*：表16の表面処理剤（表中の記号は表16の記号に対応する）

【0071】〔実施例2〕平均粒径78 $\mu\text{m}$ の粉末冶金用鉄粉、平均粒径23 $\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛、平均粒径25 $\mu\text{m}$ 以下の銅粉を混合し、各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤またはシリコーンオイルまたは鉍物油を適量噴霧した。

【0072】上記した異なる表面処理剤が被覆された各粉末混合物それぞれを、高速ミキサーで攪拌翼回転数：1000rpmの条件下、1分間混合した後、オレイン酸0.1重量%、ステアリン酸亜鉛（融点：116℃）0.3重量%を添加し、混合しながら110℃で加熱した後、85℃以下に冷却した。以上の処理を予備処理B1と記す。

【0073】予備処理B1で添加した表面処理剤の種類および添加量を表2に示す。表2中の表面処理剤の欄に

記載した記号の内容は、表16に示す通りである。得られた各粉末混合物に対し、ステアリン酸亜鉛（融点：116℃）0.4重量%を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（発明例12～17）。比較のために、平均粒径78 $\mu\text{m}$ の粉末冶金用鉄粉、平均粒径23 $\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛、および平均粒径25 $\mu\text{m}$ 以下の銅粉を混合し、上記予備処理B1中、表面処理剤を添加しないで同様に上記の処理を行い、粉末混合物を得た（比較例2）。

【0074】次に、得られた各粉末混合物100gを、室温の条件下、排出孔径5mm $\Phi$ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。実験結果を表2に示す。比較例2と発明例12～17の比較で明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の流動性が格段に改良されている。

【0075】

【表2】

	鉄粉 (g)	銅粉 (g)	黒鉛 (g)	表面処理剤 * (鉄粉に対しwt%)	流動性 (sec/100g)
発明例12	1000	20	6	c (0.04)	12.7
発明例13	1000	20	6	e (0.02)	12.6
発明例14	1000	20	6	g (0.03)	13.5
発明例15	1000	20	6	h (0.02)	13.7
発明例16	1000	20	6	j (0.01)	14.4
発明例17	1000	20	6	k (0.01)	14.2
比較例2	1000	20	6	—	14.7

備考) \*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

【0076】〔実施例3〕平均粒径 $78\mu\text{m}$ の粉末冶金用鉄粉、平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛、平均粒径 $25\mu\text{m}$ 以下の銅粉に、ステアリン酸モノアミド (融点:  $100^\circ\text{C}$ ) 0.2重量%、エチレンビスステアリン酸アミド0.2重量%を添加し、混合しながら $110^\circ\text{C}$ で加熱した後、さらに各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤、シリコンオイルまたは鉱物油を適量噴霧した。

【0077】上記した各種の表面処理剤が被覆された各粉末混合物それぞれを、高速ミキサーで攪拌翼回転数: 1000rpmの条件下、1分間混合した後、 $85^\circ\text{C}$ 以下に冷却した。以上の処理を予備処理C1と記す。予備処理C1で添加した表面処理剤の種類および添加量を表3に示す。

【0078】表3中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。得られた粉末混合物に

対し、ステアリン酸モノアミド (融点:  $100^\circ\text{C}$ ) 0.2重量%、ステアリン酸亜鉛 (融点:  $116^\circ\text{C}$ ) 0.15重量%を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した (発明例18~22)。比較のために、平均粒径 $78\mu\text{m}$ の粉末冶金用鉄粉、平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛、および平均粒径 $25\mu\text{m}$ 以下の銅粉を使用し、上記予備処理C1中、表面処理剤を添加しないで同様に上記の処理を行い、粉末混合粉を得た (比較例3)。

【0079】次に、得られた各粉末混合物100gを、室温の条件下、排出孔径5mmφのオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。実験結果を表3に示す。比較例3と発明例18~22の比較で明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の流動性が格段に改良されている。

【0080】

【表3】

	鉄粉 (g)	銅粉 (g)	黒鉛 (g)	表面処理剤 * (鉄粉に対しwt%)	流動性 (sec/100g)
発明例18	1000	20	8	c (0.03)	13.3
発明例19	1000	20	8	e (0.02)	13.4
発明例20	1000	20	8	f (0.02)	13.1
発明例21	1000	20	8	i (0.02)	13.5
発明例22	1000	20	8	k (0.01)	13.3
比較例3	1000	20	8	—	14.5

備考) \*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

【0081】〔実施例4〕各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤をエタノール中に、シリコンオイルまたは鉱物油をキシレン中にそれぞれ溶解し、平均粒径約 $80\mu\text{m}$ の粉末冶金用合金銅粉 (Cr-Mn-Mo系完全合金化銅粉)、あるいは平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛に適量噴霧した。

【0082】得られた各粉末それぞれを高速ミキサーで攪拌翼回転数: 1000rpmの条件下、1分間混合した後、溶媒を真空乾燥機にて除去し、さらに前記シラン、シラ

ザンまたはカップリング剤を噴霧したものは、約 $100^\circ\text{C}$ で1時間加熱した。以上の処理を予備処理A2と記す。予備処理A2で添加した表面処理剤の種類および添加量を表4に示す。

【0083】表4中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。予備処理A2を施した、あるいは予備処理A2を施さない平均粒径約 $80\mu\text{m}$ の粉末冶金用合金銅粉と、予備処理A2を施した、あるいは予備処理A2を施さない平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛を混合し、ステアリン酸モノアミド (融点:  $100^\circ\text{C}$ )

℃) 0.1 重量%、エチレンビスステアリン酸アミド (融点: 146 ~147 °C) 0.2重量%、ステアリン酸リチウム (融点: 230 °C) 0.1 重量%を添加し、混合しながら160 °Cで加熱し、さらに混合しながら85°C以下に冷却した。

【0084】得られた各粉末混合物に対し、ステアリン酸リチウム (融点: 230 °C) 0.4 重量%を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した (発明例23~27)。比較のために、上記予備処理A2を施さない平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用合金鋼粉 (Cr-Mn-Mo系完全合金化鋼粉)、平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛を用いて同様に

上記の処理を行い、粉末混合物を得た (比較例4)。

【0085】次に、得られた各粉末混合物 100gを、20~140 °Cの所定の温度に加熱した後、排出孔径5mm $\Phi$ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。実験結果を表4に示す。比較例4と発明例23~27の比較で明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の流動性が格段に改良されている。

【0086】

【表4】

	完全合金化鋼粉* (g)	表面処理剤** (鋼粉に 対しwt%)	黒鉛 (g)	表面処理剤** (黒鉛粉に 対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)
発明例23	1000	a (0.02)	5	—	20	11.7
					50	11.7
					80	11.8
					100	11.9
					120	12.0
					140	12.1
発明例24	1000	c (0.02)	5	d (0.5)	20	11.6
					50	11.5
					80	11.6
					100	11.8
					120	11.9
					140	12.0
発明例25	1000	h (0.02)	5	—	20	11.8
					50	11.8
					80	11.9
					100	12.0
					120	12.1
					140	12.2
発明例26	1000	m (0.01)	5	f (0.5)	20	11.1
					50	11.3
					80	11.2
					100	11.8
					120	12.9
					140	12.1
発明例27	1000	—	5	g (0.5)	20	11.5
					50	11.6
					80	11.8
					100	11.9
					120	12.0
					140	12.7
比較例4	1000	—	5	—	20	12.5
					50	12.5
					80	12.8
					100	12.9
					120	13.1
					140	13.5

備考) \* : Cr-Mn-Mo系完全合金化鋼粉

\*\* : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

【0087】〔実施例5〕平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉、平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛を混合し、各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤、シリコーンオイルあるいは鉱物油を適量噴霧した。

【0088】上記した各種表面処理剤が被覆された各粉末それぞれを、高速ミキサーで攪拌翼回転数: 1000rpmの条件下、1分間混合した後、ステアリン酸モノアミド (融点: 100°C) 0.2 重量%、エチレンビスステアリン

酸アミド (融点: 146 ~147°C) 0.2 重量%を添加し、混合しながら160 °Cで加熱した後、85°C以下に冷却した。

【0089】以上の処理を予備処理B2と記す。予備処理B2で添加した表面処理剤の種類および添加量を表5に示す。表5中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。得られた粉末混合物に対し、ヒドロキシステアリン酸リチウム (融点: 216 °C) 0.4 重量%を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した (発明例28~31)。

【0090】比較のために、平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉、平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛を混合し、上記予備処理B2中、表面処理剤を添加しないで同様に上記の処理を行い、粉末混合物を得た(比較例5)。次に、得られた粉末混合物100gを、20～140℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mm $\Phi$ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を

測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。

【0091】実験結果を表5に示す。比較例5と発明例28～31の比較で明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の流動性が格段に改良されている。

【0092】

【表5】

	部分合金 化鋼粉* (g)	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)
発明例28	1000	6	c (0.03)	20	11.2
				50	11.3
				80	11.3
				100	11.5
				120	11.6
				140	11.7
発明例29	1000	6	f (0.03)	20	11.0
				50	11.0
				80	11.2
				100	11.3
				120	11.5
				140	11.5
発明例30	1000	6	h (0.04)	20	11.5
				50	11.7
				80	11.7
				100	11.8
				120	11.9
				140	12.0
発明例31	1000	6	j (0.01)	20	11.8
				50	11.8
				80	12.0
				100	12.2
				120	12.1
				140	12.5
比較例5	1000	6	—	20	12.7
				50	12.8
				80	12.8
				100	13.0
				120	13.2
				140	14.5

備考) \*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉

\*\*: 表16の表面処理剤(表中の記号は表16の記号に対応する)

【0093】〔実施例6〕平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用Cu系部分拡散合金化鋼粉、平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛を混合し、ステアリン酸モノアミド(融点: 100℃) 0.2重量%、エチレンビスステアリン酸アミド(融点: 146～147℃) 0.2重量%を添加し、混合しながら160℃で加熱したのち、約110℃に冷却した。

【0094】得られた粉末混合物に、さらに各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤、シリコンオイルあるいは鉱物油を適量噴霧した。上記した各種表面処理剤が被覆された各粉末混合物それぞれを、高速ミキサーで攪拌翼回転数: 1000rpmの条件下、1分間混合した後、85℃以下に冷却した。

【0095】以上の処理を予備処理C2と記す。予備処理C2で添加した表面処理剤の種類および添加量を表6

に示す。表6中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。得られた各粉末混合物に対し、ヒドロキシステアリン酸リチウム(融点: 216℃) 0.4重量%を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した(発明例32～34)。

【0096】次に、得られた粉末混合物100gを、20～140℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mm $\Phi$ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。実験結果を表6に示す。比較例5と発明例32～34の比較で明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の流動性が格段に改良されている。

【0097】

【表6】

	部分合金 化銅粉* (g)	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (黒鉛に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)
発明例32	1000	6	i (0.03)	20	11.5
				50	11.5
				80	11.6
				100	11.7
				120	11.8
				140	12.0
発明例33	1000	6	g (0.04)	20	11.4
				50	11.5
				80	11.5
				100	11.7
				120	11.8
				140	12.3
発明例34	1000	6	j (0.01)	20	11.8
				50	11.9
				80	12.0
				100	12.1
				120	12.5
				140	13.1

備考) \*: Cu系部分拡散合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

【0098】〔実施例7〕各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤をエタノール中に、シリコンオイルまたは鉱物油をキシレン中にそれぞれ溶解し、平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉、または平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛に適量噴霧した。

【0099】得られた各粉末それぞれを高速ミキサーで攪拌翼回転数: 1000rpmの条件下、1分間混合した後、溶媒を真空乾燥機にて除去し、さらに前記シラン、シラザンまたはカップリング剤を噴霧したものは、約100℃で1時間加熱した。以上の処理を予備処理A2と呼ぶ。予備処理A2で添加した表面処理剤の種類および添加量を表7および表8に示す。

【0100】表7および表8中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。予備処理A2を施した、あるいは予備処理A2を施さない平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用合金銅粉と、予備処理A2を施した、あるいは予備処理A2を施さない平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛を混合し、ステアリン酸モノアミド (融点: 100℃) 0.1重量%、エチレンビスステアリン酸アミド (融点: 146~147℃) 0.2重量%、および、さらに加えて熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物のいずれかを0.1重量%添加し、混合しながら160℃で加熱し、さらに混合しながら85℃以下に冷却し、粉末混合物を得た。

【0101】添加した潤滑剤 (熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物) の種類および添加量を表7および表8に示す。表7および表8中の潤滑剤の欄に記載した記号の内容は表17に示す通りである。なお、比較のために、上記予備処理A2

を施さない平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉、平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛を混合し、上記潤滑剤無添加で、同様に上記処理を行い、粉末混合物を得た。

【0102】次に、得られた粉末混合物に対し、ステアリン酸リチウム (融点: 230℃) またはヒドロキシステアリン酸リチウム (融点: 216℃) または라우リン酸カルシウム (融点: 170℃) のうち少なくとも1種を合計量で0.2重量%添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した (発明例35~39、比較例6)。次に、得られた粉末混合物 100gを、20~140℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mm $\Phi$ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。

【0103】さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を、150℃に加熱しつつ、7ton/cm<sup>2</sup>の成形圧力で11mm $\Phi$ のタブレットに成形し、成形時の抜出力と圧粉体密度 (以下、表中においては、圧粉密度と記す) を測定した。実験結果を表7および表8に示す。

【0104】比較例6と発明例35~39の比較で明らかのように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の各温度での流動性が格段に改良されている。また、比較例6と発明例35~39の比較で明らかのように、熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物を添加し、かつ表面処理剤による処理を施した場合、圧粉体密度が向上し、かつ抜出力が低減され、成形性が改善されている。

【0105】

【表7】



	部分合金 化銅粉*	表面処理剤 ** (銅粉に對 しwt%)	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (黒鉛粉に 對しwt%)	潤滑剤: *** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性エラストマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に對しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
								圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例35	1000	f (0.02)	6	—	i (0.1)	20	11.8	7.30	29.0
						50	11.9		
						80	11.9		
						100	12.1		
						120	12.3		
						140	12.5		
発明例36	1000	h (0.02)	6	f (0.5)	iv (0.1)	20	11.7	7.33	28.7
						50	11.7		
						80	11.8		
						100	11.9		
						120	12.0		
						140	12.7		
発明例37	1000	g (0.02)	6	—	vii (0.1)	20	11.8	7.31	26.7
						50	11.8		
						80	11.9		
						100	12.1		
						120	12.5		
						140	13.0		

備考)

\*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

	部分合金 化銅粉*	表面処理剤 ** (銅粉に対 しwt%)	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (黒鉛粉に 対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性エラストマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)	成形性 7ton/cm <sup>2</sup>		
								成形温度 (℃)	圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例38	1000	c (0.02)	6	—	xiii (0.1)	20	11.9	150	7.32	31.2
						50	11.9			
						80	12.0			
						100	12.1			
						120	12.3			
						140	12.5			
発明例39	1000	i (0.02)	6	—	ix (0.1)	20	11.8	150	7.33	33.5
						50	11.7			
						80	11.9			
						100	12.0			
						120	12.2		7.21	38.4
						140	12.3	90	7.22	38.7
比較例6	1000	—	6	—	—	20	12.7	150	7.28	40.2
						50	12.7			
						80	12.8			
						100	12.9			
						120	13.5	220	7.30	45.1
						140	14.8	240	7.31	50.0

備考)

\* : Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉

\*\* : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\* : 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

【0107】〔実施例8〕平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉、平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛を混合し、各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤、シリコンオイルまたは鉱物油を適量噴霧した。

【0108】得られた各種粉末混合物それぞれを高速ミキサーで攪拌翼回転数：1000rpmの条件下、1分間混合した後、ステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.2重量%、エチレンビスステアリン酸アミド（融点：146～147℃）0.2重量%、および、さらに加えて熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造

を持つ化合物のいずれかを0.1 重量%添加し、混合しながら160℃で加熱し、さらに混合しながら85℃以下に冷却した。

【0109】以上の処理を予備処理B2と記す。予備処理B2で添加した表面処理剤、潤滑剤（熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物）の種類および添加量を表9に示す。表9中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は表16に示す通りであり、また、潤滑剤の欄に記載した記号の内容は表17に示す通りである。

【0110】次に、得られた粉末混合物に対し、ステアリン酸リチウム（融点：230℃）またはヒドロキシステアリン酸リチウム（融点：216℃）または라우リン酸カルシウム（融点：170℃）のうち少なくとも1種を合計量で0.2 重量%添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（発明例40～43）。

【0111】次に、得られた粉末混合物 100gを、20～

140℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mmφのオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を、150℃に加熱しつつ、7ton/cm<sup>2</sup>の成形圧力で11mmφのタブレットに成形し、成形時の抜出力と圧粉体密度を測定した。

【0112】実験結果を表9に示す。比較例6と発明例40～43の比較で明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の各温度での流動性が格段に改良されている。また、比較例6と発明例40～43の比較で明らかなように、熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物を添加し、かつ表面処理剤による処理を施した場合、圧粉体密度が向上し、かつ抜出力が低減され、成形性が改善されている。

【0113】

【表9】

	部分合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤: ** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性エラストマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性	
							150°C、7ton/cm <sup>2</sup> 圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	拔出力 (MPa)
発明例40	1000	6	a (0.02)	ii (0.1)	20	11.7	7.31	22.5
					50	11.7		
					80	11.8		
					100	11.9		
					120	12.0		
					140	12.5		
発明例41	1000	6	d (0.03)	v (0.1)	20	11.8	7.31	24.0
					50	11.8		
					80	11.9		
					100	12.0		
					120	12.2		
					140	12.7		
発明例42	1000	6	h (0.02)	viii (0.1)	20	12.1	7.30	26.3
					50	12.0		
					80	12.1		
					100	12.3		
					120	12.5		
					140	12.8		
発明例43	1000	6	g (0.04)	xii (0.1)	20	11.9	7.34	33.8
					50	12.0		
					80	12.0		
					100	12.1		
					120	12.5		
					140	12.9		

備考)

\*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

【0114】〔実施例9〕平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉、平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛を混合し、ステアリン酸モノアミド(融点: 100°C) 0.2重量%、エチレンビスステアリン酸アミド(融点: 146~147°C) 0.2重量%、および、さらに加えて熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物のいずれかを0.1重量%添加し、混合しながら160°Cで加熱したのち、約110°Cに冷却した。

【0115】得られた粉末混合物に、さらに各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤またはシリコ

ーンオイルまたは鉱物油を適量噴霧した。得られた各粉末混合物それぞれを高速ミキサーで攪拌翼回転数: 1000rpmの条件下、1分間混合した後、85°C以下に冷却した。

【0116】以上の処理を予備処理C2と記す。予備処理C2で添加した表面処理剤、潤滑剤(熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物)の種類および添加量を表10および表11に示す。表10および表11中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は表16に示す通りであり、また、潤滑剤の欄に記載した記号の内容は表17に示す通りである。

【0117】次に、得られた粉末混合物に対し、ヒドロ

キシステアリン酸リチウム（融点：216℃）0.4重量％を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（発明例44～48）。次に、得られた粉末混合物 100gを、20～140℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mmφのオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。

【0118】さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を、130、150、170、190および210℃にそれぞれ加熱しつつ、7ton/cm<sup>2</sup>の成形圧力で11mmφのタブレットに成形し、成形時の抜出力と圧粉体密度を測定した。実験結果を表10および表11に示す。

【0119】比較例6と発明例44～48の比較で明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の

各温度での流動性が格段に改良されている。また、比較例6と発明例44～48の比較で明らかなように、熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物を添加し、かつ表面処理剤による処理を施した場合、130～210℃の広い成形温度範囲で圧粉体密度が向上し、かつ抜出力が低減されて、成形性が改善されている。

【0120】また、発明例44の成形温度範囲130～210℃に比べ、成形温度70℃、90℃ではやや圧粉密度が小さく、成形温度220℃、240℃では抜き出し力が大きく、成形性が劣る。

【0121】

【表10】

	部分合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性エラストマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 7ton/cm <sup>2</sup>		
							成形温度 (°C)	圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例44	1000	6	c (0.02)	iii (0.1)	20	11.8	70	7.23	24.3
					50	11.9	90	7.25	25.7
					80	11.9	130	7.31	26.3
					100	12.0	150	7.32	26.0
					120	12.1	170	7.32	25.5
					140	12.7	190	7.34	25.1
							210	7.34	25.9
発明例45	1000	6	m (0.01)	v (0.1)	20	12.0	130	7.30	25.5
					50	12.1	150	7.33	24.1
					80	12.1	170	7.33	23.6
					100	12.3	190	7.34	23.0
					120	12.5	210	7.34	24.7
					140	13.1	220	7.34	40.1
							240	7.34	43.5
発明例46	1000	6	e (0.02)	viii (0.1)	20	12.1	130	7.28	28.5
					50	12.1	150	7.30	27.0
					80	12.2	170	7.31	26.6
					100	12.5	190	7.30	26.8
					120	12.7	210	7.31	27.3
					140	13.3			

備考)

\*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

	部分合金 化鋼粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (鋼粉に対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性エラストマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)	成形性 7ton/cm <sup>2</sup>		
							成形温度 (℃)	圧粉密度 (kg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例47	1000	6	g (0.02)	i (0.05) xiii (0.05)	20	12.0	130	7.29	24.0
					50	11.9	150	7.31	23.5
					80	12.0	170	7.31	22.1
					100	12.1	190	7.33	23.9
					120	12.3	210	7.34	24.7
					140	12.7			
発明例48	1000	6	f (0.02)	iii (0.1)	20	12.1	130	7.30	25.8
					50	12.1	150	7.32	25.1
					80	12.1	170	7.33	25.0
					100	12.4	190	7.34	25.5
					120	12.8	210	7.35	26.7
					140	13.5			

備考)

\*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

【0123】〔実施例10〕各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤をエタノール中に、シリコンオイルまたは鉱物油をキシレン中にそれぞれ溶解し、平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉、または平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛に適量噴

霧した。

【0124】得られた各粉末それぞれを高速ミキサーで攪拌翼回転数：1000rpmの条件下、1分間混合した後、溶媒を真空乾燥機にて除去し、さらに前記シラン、シラザンまたはカップリング剤を噴霧したものは、約100℃で1時間加熱した。以上の処理を予備処理A2と記す。



予備処理A2で添加した表面処理剤の種類および添加量を表12に示す。

【0125】表12中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。予備処理A2を施した、あるいは予備処理A2を施さない平均粒径約80 $\mu\text{m}$ の粉末冶金用合金鋼粉と、予備処理A2を施した、あるいは予備処理A2を施さない平均粒径23 $\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛を混合し、ステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.1重量％、エチレンビスステアリン酸アミド（融点：146～147℃）0.2重量％、および、さらに加えて熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物のいずれかを0.1重量％添加し、混合しながら160℃で加熱し、さらに混合しながら85℃以下に冷却した。

【0126】添加した潤滑剤（熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物）の種類および添加量を表12に示す。表12中の潤滑剤の欄に記載した記号の内容は表17に示す通りである。次に、得られた粉末混合物に対し、ステアリン酸リチウム（融点：230℃）またはヒドロキシステアリン酸リチウム（融点：216℃）または라우リン酸カルシウム（融点170℃）のうち少なくとも1種を合計量で0.2重量％を添

加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（発明例49～52）。

【0127】次に、得られた粉末混合物100gを、20～140℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mm $\Phi$ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を、150℃に加熱しつつ、7ton/cm<sup>2</sup>の成形圧力で11mm $\Phi$ のタブレットに成形し、成形時の抜出力と圧粉体密度を測定した。

【0128】実験結果を表12に示す。比較例6と発明例49～52の比較で明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の各温度での流動性が格段に改良されている。また、比較例6と発明例49～52の比較で明らかなように、熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物を添加し、かつ表面処理剤による処理を施した場合、圧粉体密度が向上し、かつ抜出力が低減されて、成形性が改善されている。

【0129】

【表12】

	部分合金 化銅粉*	表面処理剤 ** (銅粉に対 しwt%)	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (黒鉛粉に 対しwt%)	潤滑剤: *** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性エラストマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
								圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例49	1000	e (0.02)	6	—	iv (0.1)	20	11.7	7.32	35.3
						50	11.5		
						80	11.8		
						100	11.9		
						120	12.0		
						140	12.5		
発明例50	1000	k (0.02)	6	g (0.5)	v (0.1)	20	11.4	7.32	33.3
						50	11.5		
						80	11.5		
						100	11.7		
						120	11.9		
						140	12.3		
発明例51	1000	g (0.02)	6	—	x (0.1)	20	11.5	7.33	37.1
						50	11.5		
						80	11.6		
						100	11.7		
						120	12.0		
						140	12.7		
発明例52	1000	c (0.02)	6	—	xii (0.1)	20	11.3	7.34	35.1
						50	11.3		
						80	11.5		
						100	11.6		
						120	11.8		
						140	12.9		

備考) \*\* : Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉  
 \*\*\* : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)  
 \*\*\*\* : 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

【0130】〔実施例11〕平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉、平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛を混合し、各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤またはシリコンオイルまたは鉱物油を適量噴霧した。

【0131】得られた各粉末混合物それぞれを高速ミキサーで攪拌翼回転数:1000rpmの条件下、1分間混合した後、ステアリン酸カルシウム(融点:148~155°C)を0.1重量%、ステアリン酸リチウム(融点:230°C)を0.3重量%添加し、混合しながら160°Cで加熱し、さ

らに混合しながら85°C以下に冷却した。以上の処理を予備処理B2と記す。

【0132】予備処理B2で添加した表面処理剤の種類および添加量を表13に示す。表13中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は表16に示す通りである。次に、得られた粉末混合物に対し、ステアリン酸リチウム(融点230°C)0.1重量%、および、さらに加えて熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物のいずれか少なくとも1種である潤滑剤を合計量で0.2重量%添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した(発明例53~56)。

【0133】添加した潤滑剤の種類および添加量を表13に示す。表13中の潤滑剤の欄に記載した記号の内容は表17に示す通りである。次に、得られた粉末混合物 100g を、20～140℃の所定温度に加熱した後、排出孔径5mmφのオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。

【0134】さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を、150℃に加熱しつつ、7ton/cm<sup>2</sup>の成形圧力で11mmφのタブレットに成形し、成形時の抜出力と圧粉体密度を測定した。実験結果を表13に示す。比較例6と発明例53～56の比較で明

らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の各温度での流動性が格段に改良されている。

【0135】また、比較例6と発明例53～56の比較で明らかなように、熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物を添加し、かつ表面処理剤による処理を施した場合、圧粉体密度が向上し、かつ抜出力が低減されて、成形性が改善されている。

【0136】

【表13】

	部分合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤 (銅粉に対しwt%)	潤滑剤: *** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性エラストマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)	成形性 150℃、7ton/cm <sup>2</sup>	
							圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例53	1000	6	c (0.03)	ii (0.1)	20	11.4	7.31	24.2
					50	11.4		
					80	11.5		
					100	11.6		
					120	11.8		
発明例54	1000	6	f (0.02)	iv xiii (0.05)	140	12.5	7.30	23.1
					20	11.5		
					50	11.5		
					80	11.5		
					100	11.7		
発明例55	1000	6	h (0.03)	iv (0.1)	120	12.3	7.33	20.1
					140	12.8		
					20	11.5		
					50	11.6		
					80	11.6		
発明例56	1000	6	j (0.01)	xiv (0.1)	100	11.9	7.32	24.5
					120	12.4		
					140	13.1		
					20	11.9		
					50	12.3		
					80	12.3		
					100	12.5		
					120	12.7		
					140	13.7		

(備考)  
\*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉  
\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)  
\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

【0137】〔実施例12〕平均粒径約80μmの粉末冶金

用Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉、平均粒径23μm以

下の天然黒鉛を混合し、ステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.2重量％、エチレンビスステアリン酸アミド（融点：146～147℃）0.2重量％を添加し、混合しながら160℃で加熱したのち、約110℃に冷却した。

【0138】得られた粉末混合物に、さらに各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤またはシリコーンオイルまたは鉱物油を適量噴霧した。上記した各種表面処理剤が被覆された各粉末混合物それぞれを、高速ミキサーで攪拌翼回転数：1000rpmの条件下、1分間混合した後、85℃以下に冷却した。

【0139】以上の処理を予備処理C2と記す。予備処理C2で添加した表面処理剤の種類および添加量を表14に示す。表14中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。次に、得られた粉末混合物に対し、ステアリン酸リチウム（融点：230℃）0.1重量％、および、さらに加えて熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物のいずれか少なくとも1種である潤滑剤を合計量で0.2重量％添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（発

明例57～59）。

【0140】添加した潤滑剤の種類および添加量を表14に示す。表14中の潤滑剤の欄に記載した記号の内容は表17に示す通りである。次に、得られた粉末混合物100gを、20～140℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mmφのオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。

【0141】さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を、150℃に加熱しつつ、7ton/cm<sup>2</sup>の成形圧力で11mmφのタブレットに成形し、成形時の抜出力と圧粉体密度を測定した。実験結果を表14に示す。比較例6と発明例57～59の比較で明らかのように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の各温度での流動性が格段に改良されている。

【0142】また、比較例6と発明例57～59の比較で明らかのように、表面処理剤による処理を施した場合、圧粉体密度が向上し、かつ抜出力が低減されて、成形性が改善されている。

【0143】

【表14】

	部分合金 化鋼粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (鋼粉に対しwt%)	潤滑剤： *** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性エラストマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
							圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例57	1000	6	b (0.02)	i (0.1)	20	11.9	7.32	28.7
					50	12.0		
					80	12.0		
					100	12.2		
					120	12.5		
					140	13.0		
発明例58	1000	6	d (0.03)	v (0.1)	20	12.0	7.33	26.5
					50	12.0		
					80	12.0		
					100	12.2		
					120	12.7		
					140	13.5		
発明例59	1000	6	h (0.02)	vi (0.1)	20	11.8	7.31	20.1
					50	12.0		
					80	11.9		
					100	12.4		
					120	12.7		
					140	13.0		

備考)

\*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

【0144】〔実施例13〕平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉、平均粒径23 $\mu$ m以下の天然黒鉛を混合し、ステアリン酸モノアミド(融点: 100°C) 0.2重量%、エチレンビスステアリン酸アミド(融点: 146~147°C) 0.2重量%を添加し、混合しながら160°Cで加熱したのち、約110°Cに冷却した。

【0145】得られた粉末混合物に、さらに各種オルガノアルコキシシランまたはオルガノシラザンまたはチタネート系あるいはフッ素系カップリング剤またはシリコンオイルまたは鉱物油を適量噴霧した。上記した各種

表面処理剤が被覆された各粉末混合物それぞれを、高速ミキサーで攪拌翼回転数: 1000rpmの条件下、1分間混合した後、85°C以下に冷却した。

【0146】以上の処理を予備処理C2と記す。予備処理C2で添加した表面処理剤の種類および添加量を表15に示す。表15中の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。次に、得られた粉末混合物に対し、ステアリン酸リチウム(融点: 230°C) 0.1重量%、および、さらに加えて熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物のい

いずれか少なくとも1種である潤滑剤を合計量で0.2重量%添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した(発明例60~63)。

【0147】添加した潤滑剤の種類および添加量を表15に示す。表15中の潤滑剤の欄に記載した記号の内容は表17に示す通りである。次に、得られた粉末混合物100gを、20~140℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mmφのオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、実施例1と同様に流動性を調べた。

【0148】さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を、150℃に加熱

しつつ、7ton/cm<sup>2</sup>の成形圧力で11mmφのタブレットに成形し、成形時の抜出力と圧粉体密度を測定した。実験結果を表15に示す。比較例6と発明例60~63の比較で明らかのように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の各温度での流動性が格段に改良されている。

【0149】また、比較例6と発明例60~63の比較で明らかのように、表面処理剤による処理のみを施した場合にも、圧粉体密度が向上し、かつ抜出力が低減されて、成形性が改善されている。

【0150】

【表15】

	部分合金 化鋼粉*	黒鉛	表面処理剤 ** (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)	成形性 150℃、7ton/cm <sup>2</sup>	
						圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例60	1000	6	c (0.03)	20	11.5	7.33	31.0
				50	11.5		
				80	11.6		
				100	11.7		
				120	11.8		
				140	11.9		
発明例61	1000	6	f (0.04)	20	11.4	7.35	29.7
				50	11.5		
				80	11.6		
				100	11.6		
				120	11.9		
				140	12.7		
発明例62	1000	6	m (0.01)	20	11.8	7.34	32.3
				50	11.9		
				80	11.9		
				100	12.0		
				120	13.0		
				140	13.5		
発明例63	1000	6	j (0.01)	20	11.8	7.33	31.5
				50	11.8		
				80	11.7		
				100	11.9		
				120	12.5		
				140	12.8		

備考) \* : Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉

\*\* : 表16の表面処理剤(表中の記号は表16の記号に対応する)

【0151】

【表16】

総 称	記号	名 称
オルガノアルコキシシラン	a	$\gamma$ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン
	b	$\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン
	c	N- $\beta$ (アミノエチル) $\gamma$ -アミノプロピルトリメトキシシラン
	d	メチルトリメトキシシラン
	e	フェニルトリメトキシシラン
	f	ジフェニルジメトキシシラン
	g	1H, 1H, 2H, 2H-ヘニコサフルオロトリメトキシシラン
オルガノシラザン	h	ポリオルガノシラザン
チタネート系カップリング剤	i	イソプロピルトイソステアロイルチタネート
アルキルベンゼン	j	アルキルベンゼン
シリコンオイル	k	ジメチルシリコンオイル
	l	メチルフェニルシリコンオイル
	m	フロロシリコンオイル

【0152】

【表17】

総 称	記号	名 称
層状の結晶構造を有する無機化合物	i	黒鉛
	ii	フッ化炭素
	iii	MoS <sub>2</sub>
層状の結晶構造を有する有機化合物	iv	メラミン-シアヌル酸付加化合物
	v	N-アルキルアスパラギン酸- $\beta$ -アルキルエステル
熱可塑性樹脂	vi	ポリスチレン粉末
	vii	ナイロン粉末
	viii	ポリエチレン粉末
	ix	フッ素樹脂粉末
熱可塑性 エラストマー	x	ポリスチレン-アクリルエラストマー
	xi	ポリオレフィン系熱可塑性エラストマー
	xii	SBS熱可塑性エラストマー *
	xiii	シリコン系熱可塑性エラストマー
	xiv	アミド系熱可塑性エラストマー

\*) SBS: ポリスチレン-ポリブタジエン-ポリスチレン

【0153】〔実施例14〕鉄基粉末を表18～表21に示す合金鋼粉とした以外は実施例4と同様に予備処理A2を合金鋼粉に施した。予備処理A2で添加した表面処理

剤の種類および添加量を、表18～21に示す。表18～21の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。



【0154】予備処理A2を施した合金鋼粉と天然黒鉛を混合し、ステアリン酸カルシウム（融点：148～155℃）0.15重量%および平均粒径約10～20 $\mu$ mの熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する化合物の内1種を0.2重量%添加し、混合しながら160℃で加熱し、さらに混合しながら85℃以下に冷却した。

【0155】添加した潤滑剤（熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を有する化合物）の種類および添加量を、表18～21に示す。表18～21の潤滑剤の欄に記載した記号の内容は表17に示す通りである。次に、得られた各粉末混合物に対し、ステアリン酸リチウム（融点：230℃）、ヒドロキシステアリン酸リチウム（融点：216℃）の内1種または2種を、計0.4重量%添加（：二次添加）し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（発明例64～67）。

【0156】なお、比較のために、上記予備処理A2を施さない以外は上記発明例64～67と同様にして粉末混合物を得た（比較例7、9、11、13）。また、上記予備処理A2を施さない合金鋼粉と天然黒鉛を、潤滑剤を全く添加せずに混合し、発明例64～67と同様に処理し、粉末混合物を得た（比較例8、10、12、14）。

【0157】次に、得られた各粉末混合物100gを、20～170℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mm $\Phi$ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、

流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を、150、180、210℃にそれぞれ加熱しつつ、7ton/cm<sup>2</sup>の成形圧力で11mm $\Phi$ のタブレットに成形し、成形時の抜出力と圧粉体密度を測定した。

【0158】実験結果を表18～21に示す。比較例7、9、11、13と発明例64、65、66、67とのそれぞれの比較から明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の各温度での流動性が格段に改良されている。また、比較例8、10、12、14と発明例64、65、66、67とのそれぞれの比較から明らかなように、本発明によれば、鉄基粉末の表面処理の効果に加えて、潤滑剤の効果によって、150～210℃の成形温度範囲で流動性の改善および良好な成形性が実現されている。発明例64では、150～210℃の成形温度範囲に比較して、成形温度110℃、130℃ではやや圧粉密度が小さく、成形温度240℃、260℃では抜き出し力が多いので、成形性が劣る。しかし、発明例64の成形温度110℃、130℃での圧粉密度と抜出力は、比較例7に比して、やや良好である。また、発明例64の成形温度240℃、260℃での圧粉密度は比較例8に比してやや良く、抜出力はかなり良い。

【0159】

【表18】

	部分合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性ワックサ、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 7ton/cm <sup>2</sup>		
								成形温度 (°C)	圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例64	1000	5.0	f (0.02)	ix (0.2)	ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.4)	20	11.5	110	7.33	20.7
						50	11.5	130	7.35	21.8
						80	11.6	150	7.39	22.5
						100	11.5	180	7.40	23.1
						130	11.6	210	7.41	24.7
						150	11.8	240	7.41	32.2
比較例7	1000	5.0	—	ix (0.2)	ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.4)	170	12.9	260	7.41	35.0
						20	12.0	110	7.32	23.1
						50	12.1	130	7.33	24.8
						80	12.2	150	7.38	25.6
						100	12.1	180	7.39	26.1
						130	12.3	210	7.40	28.3
比較例8	1000	5.0	—	—	—	150	12.5			
						170	14.0			
						20	12.5	150	7.35	41.3
						50	12.6	180	7.36	43.0
						80	12.7	210	7.36	50.6
						100	12.6	240	7.39	51.3
						130	12.8	260	7.40	53.2
						150	13.0			
						170	14.5			

(備考)

\*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

	完全合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性ポリマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 7ton/cm <sup>2</sup>		
								成形温度 (°C)	圧粉密度 (kg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例65	1000	4.0	e (0.03)	iv (0.2)	ステアリン酸リチウム (0.4)	20	10.8	150	7.14	21.2
						50	10.8			
						80	10.9	180	7.16	22.7
						100	10.8			
						130	10.9	210	7.17	23.4
						150	11.1			
						170	12.2			
比較例9	1000	4.0	—	iv (0.2)	ステアリン酸リチウム (0.4)	20	11.7	150	7.13	25.4
						50	11.8			
						80	11.9	180	7.15	26.5
						100	11.8			
						130	12.0	210	7.16	28.1
						150	12.2			
						170	13.7			
比較例10	1000	4.0	—	—	—	20	12.5	150	7.10	39.1
						50	12.6			
						80	12.7	180	7.11	42.1
						100	12.6			
						130	12.8	210	7.13	59.3
						150	13.0			
						170	14.5			

備考)

\*: Cr-Mo-V系完全合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

	完全合金 化銅粉*	果粉 (g)	表面処理剤** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤:*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性ポリマー、腐食の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 7ton/cm <sup>2</sup>		
								成形温度 (°C)	圧粉密度 (kg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例66	1000	4.0	d (0.03)	iv (0.2)	ヒドロキシステアリン酸リチウム (0.2) + ステアリン酸リチウム (0.2)	20	10.7	150	7.15	20.6
						50	10.7			
						80	10.8	180	7.16	21.5
						100	10.7			
						130	10.8	210	7.17	23.0
						150	11.0			
比較例11	1000	4.0	—	iv (0.2)	ヒドロキシステアリン酸リチウム (0.2) + ステアリン酸リチウム (0.2)	170	12.1			
						20	11.5	150	7.14	25.4
						50	11.6			
						80	11.7	180	7.15	26.3
						100	11.6			
						130	11.8	210	7.17	28.0
比較例12	1000	4.0	—	—	—	150	12.0			
						170	13.5			
						20	12.4	150	7.09	40.9
						50	12.5			
						80	12.6	180	7.10	45.0
						100	12.5			
						130	12.7	210	7.10	53.8
						150	12.9			
						170	14.6			

備考)

\*: Co-Ni-Mo-Cu系完全合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

	完全合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤 (銅粉に対しwt%)	潤滑剤: *** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性エポキシ、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次系加工潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 7ton/cm <sup>2</sup>		
								成形温度 (°C)	田粉濃度 (kg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例7	1000	4.0	0 (0.02)	ii (0.2)	ステアリン酸リチウ ム (0.4)	20	10.5	150	7.23	19.8
						50	10.4			
						80	10.5			
						100	10.4			
						130	10.5			
						150	10.7			
比較例13	1000	4.0	—	ii (0.2)	ステアリン酸リチウ ム (0.4)	170	11.8	150	7.24	24.3
						20	11.7			
						50	11.8			
						80	11.9			
						100	11.8			
						130	12.0			
比較例14	1000	4.0	—	—	—	150	12.2	210	7.22	28.8
						170	13.7			
						20	12.4			
						50	12.5			
						80	12.6			
						100	12.5			
						130	12.7	180	7.17	38.0
						150	12.9			
						170	15.1			

(備考)

\*: Ni-Cu-Mo系完全合金化銅粉

\*\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

【0163】〔実施例15〕平均粒径約80 $\mu$ mの表22～表25に示す合金銅粉と平均粒径23 $\mu$ mの天然黒鉛を混合し、得られた混合物に、各種オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤、シリコンオイル、または鉱物油の内の1種を適量噴霧した。

【0164】以上の処理を予備処理B3と記す。予備処理B3で添加した表面処理剤の種類および添加量を、表22～25に示す。表22～25の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。上記した各種表面処理剤が被覆された各粉末混合物それぞれを、高速ミキサーで攪拌翼回転数：1000rpmの条件下、1分間混合し

た後、ステアリン酸カルシウム（融点：148～155℃）0.15重量%および平均粒径約10 $\mu$ mの熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を持つ化合物の内の1種を0.2重量%添加し、混合しながら160℃で加熱し、さらに混合しながら85℃以下に冷却した。

【0165】添加した潤滑剤（熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を有する化合物）の種類および添加量を、表22～25に示す。表22～25の潤滑剤の欄に記載した記号の内容は表17に示す通りである。次に、得られた各粉末混合物に対し、ステアリン酸リチウム（融点：230℃）、ヒドロキシステアリン酸リチウム（融点：216℃）またはラウリン酸カルシウム（融点：170℃）の内少なくとも1種、計0.4重量%を添加（：二次添加）し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（発明例68～71）。

【0166】なお、比較のために、上記予備処理B3を施さない以外は上記発明例68～71と同様にして粉末混合物を得た（比較例15、17、19、21）。また、上記予備処理B3を施さない合金鋼粉と平均粒径約23 $\mu$ mの天然黒鉛を、潤滑剤を全く添加せずに混合し、発明例68～71と

同様に処理し、粉末混合物を得た（比較例16、18、20、22）。

【0167】次に、得られた各粉末混合物100gを、20～170℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mm $\Phi$ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を、180℃に加熱しつつ、7ton/cm<sup>2</sup>の成形圧力で11mm $\Phi$ のタブレットに成形し、成形時の抜出力と圧粉体密度を測定した。

【0168】実験結果を表22～25に示す。比較例15、17、19、21と発明例68、69、70、71とのそれぞれの比較から明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の各温度での流動性が格段に改良されている。また、比較例16、18、20、22と発明例68、69、70、71とのそれぞれの比較から明らかなように、本発明によれば、鉄基粉末の表面処理の効果に加えて、潤滑剤の効果によって、流動性の改善および良好な成形性が実現されている。

【0169】

【表22】

	部分合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤: *** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性フラット、固状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 180°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
								圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (NPa)
発明例68	1000	5.0	k (0.02)	xiii (0.2)	ステアリン酸リチウ ム (0.4)	20	11.5	7.37	19.5
						50	11.5		
						80	11.6		
						100	11.5		
						130	11.6		
						150	11.9		
						170	13.1		
比較例15	1000	5.0	—	xiii (0.2)	ステアリン酸リチウ ム (0.4)	20	12.2	7.35	22.1
						50	12.2		
						80	12.3		
						100	12.2		
						130	12.3		
						150	12.6		
						170	13.8		
比較例16	1000	5.0	—	—	—	20	13.1	7.27	39.5
						50	13.2		
						80	13.3		
						100	13.2		
						130	13.4		
						150	14.1		
						170	16.3		

備考)

\*: Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)



	完全合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性グラマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 180°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
								圧粉密度 (kg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例69	1000	4.0	g (0.03)	vii (0.2)	ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.4)	20	10.9	7.15	19.7
						50	10.8		
						80	10.9		
						100	10.9		
						130	11.0		
						150	11.3		
						170	12.5		
比較例17	1000	4.0	—	vii (0.2)	ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.4)	20	11.6	7.13	22.6
						50	11.6		
						80	11.7		
						100	11.6		
						130	11.7		
						150	12.0		
						170	13.2		
比較例18	1000	4.0	—	—	—	20	12.5	7.04	38.4
						50	12.6		
						80	12.7		
						100	12.6		
						130	12.8		
						150	13.5		
						170	14.9		

(備考)

\*: Cr-Mo-V系完全合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

	完全合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性ポリマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 180°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
								圧粉密度 (N/g/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例10	1000	4.0	e (0.04)	X (0.2)	ラウリン酸カルシウム (0.4)	20	10.4	7.14	18.9
						50	10.8		
						80	10.9		
						100	10.9		
						130	11.0		
						150	11.3		
比較例19	1000	4.0	—	X (0.2)	ラウリン酸カルシウム (0.4)	170	12.5	7.12	23.1
						20	11.1		
						50	11.1		
						80	11.2		
						100	11.1		
						130	11.2		
比較例20	1000	4.0	—	—	—	150	11.5	7.08	35.5
						170	12.7		
						20	12.3		
						50	12.4		
						80	12.5		
						100	12.4		
						130	12.6		
						150	13.3		
						170	14.5		

備考)

\*: Co-Ni-Mo-Cu系完全合金化銅粉)

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

	完全合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤: *** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性エラストマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 180°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
								圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例1	1000	4.0	f (0.03)	x (0.2)	ステアリン酸リチウム Δ (0.3) + ラウリン酸カルシウム Δ (0.1)	20	10.7	7.23	21.3
						50	10.8		
						80	10.9		
						100	10.9		
						130	11.0		
						150	11.3		
比較例21	1000	4.0	—	x (0.2)	ステアリン酸リチウム Δ (0.3) + ラウリン酸カルシウム Δ (0.1)	170	12.5	7.21	25.4
						20	11.5		
						50	11.5		
						80	11.6		
						100	11.5		
						130	11.6		
比較例22	1000	4.0	—	—	—	150	11.9	7.15	37.6
						170	13.1		
						20	12.2		
						50	12.3		
						80	12.4		
						100	12.3		

備考)

\*: Ni-Cu-Mo系完全合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

【0173】〔実施例16〕平均粒径約80 $\mu$ mの表26～表29に示す合金銅粉と平均粒径23 $\mu$ mの天然黒鉛を混合し、得られた混合物に、ステアリン酸カルシウム（融点：148～155 $^{\circ}$ C）0.20重量%および平均粒径約10 $\mu$ mの熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を持つ化合物の内から少なくとも1種、計0.2重量%を添加し、混合しながら160 $^{\circ}$ Cで加熱した。次に混合しながら110 $^{\circ}$ Cに冷却し、各種オルガノアルコキシシラ

ン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤、シリコンオイル、または鉱物油の内の1種を適量噴霧し、高速ミキサーで攪拌翼回転数：1000rpmの条件下、1分間混合する予備処理C3を施した。

【0174】添加した潤滑剤（熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を有する化合物）の種類および添加量を、表26～29に示す。表26～29の潤滑

剤の欄に記載した記号の内容は表17に示す通りである。次に、85℃以下に冷却し、ステアリン酸リチウム（融点：230℃）、ヒドロキシステアリン酸リチウム、ラウリン酸カルシウム（融点：17℃）の内少なくとも1種を、合金鋼粉に対して計0.3重量％を添加（二次添加）し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（発明例72～75）。

【0175】予備処理C3で添加した表面処理剤の種類および添加量を、表26～29に示す。表26～29の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。なお、比較のために、上記予備処理C3を施さない以外は上記発明例72～75と同様にして粉末混合物を得た（比較例23、25、27、29）。また、上記予備処理C3を施さない合金鋼粉と平均粒径約23 $\mu$ mの天然黒鉛を、潤滑剤を全く添加せずに混合し、発明例72～75と同様に処理し、粉末混合物を得た（比較例24、26、28、30）。

【0176】次に、得られた各粉末混合物100gを、20

～170℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mm $\Phi$ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を、180℃に加熱しつつ、7ton/cm<sup>2</sup>の成形圧力で11mm $\Phi$ のタブレットに成形し、成形時の抜出力と圧粉体密度を測定した。

【0177】実験結果を表26～29に示す。比較例23、25、27、29と発明例72、73、74、75とのそれぞれの比較から明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の各温度での流動性が格段に改良されている。また、比較例24、26、28、30と発明例72、73、74、75とのそれぞれの比較から明らかなように、本発明によれば、鉄基粉末の表面処理の効果に加えて、潤滑剤の効果によって、流動性の改善および良好な成形性が実現されている。

【0178】

【表26】

	部分合金 化銅粉*	果鉛 (g)	表面処理剤** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性イソマ、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 180°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
								圧粉密度 (N/g/m <sup>3</sup> )	抜出力 (NPa)
発明例72	1000	3.0	h (0.02)	iv (0.15) vi (0.05)	ステアリン酸リチウ ム (0.3)	20	11.1	7.43	21.1
						50	11.1		
						80	11.2		
						100	11.1		
						130	11.2		
						150	11.5		
比較例23	1000	3.0	—	iv (0.15) vi (0.05)	ステアリン酸リチウ ム (0.3)	170	12.7	7.40	24.1
						20	11.8		
						50	11.8		
						80	11.9		
						100	11.8		
						130	11.9		
比較例24	1000	3.0	—	—	—	150	12.2	7.36	40.5
						170	13.4		
						20	12.1		
						50	12.2		
						80	12.3		
						100	12.3		
						130	12.5		
						150	13.1		
						170	15.3		

備考)

\*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金(銅粉)

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

	完全合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性アクリル、固状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 180°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
								圧粉密度 (N/g/cm <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例73	1000	4.2	g (0.01)	v (0.2)	ステアリン酸リチウ ム (0.2) + ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.1)	20	10.6	7.22	18.7
						50	10.6		
						80	10.7		
						100	10.9		
						130	11.0		
						150	11.3		
比較例25	1000	4.2	—	v (0.2)	ステアリン酸リチウ ム (0.2) + ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.1)	170	12.5	7.19	21.8
						20	11.5		
						50	11.4		
						80	11.5		
						100	11.6		
						130	11.7		
比較例26	1000	4.2	—	—	—	150	12.0	7.14	38.1
						170	13.2		
						20	12.1		
						50	12.2		
						80	12.3		
						100	12.2		
						130	12.4		
						150	13.1		
						170	14.9		

備考) \*: Cr-Mn-Mo系完全合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

	完全合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性ポリマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 180°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
								圧粉密度 (kg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例74	1000	3.8	e (0.04)	iv (0.1) x (0.1)	ステアリン酸リチウ ム (0.2) + ラウリン酸カルシウ ム (0.1)	20	10.7	7.25	21.0
						50	10.7		
						80	10.8		
						100	10.8		
						130	10.9		
						150	11.2		
比較例27	1000	3.8	—	iv (0.1) x (0.1)	ステアリン酸リチウ ム (0.2) + ラウリン酸カルシウ ム (0.1)	170	12.4	7.24	24.2
						20	11.1		
						50	11.1		
						80	11.2		
						100	11.1		
						130	11.2		
比較例28	1000	3.8	—	—	—	150	11.5	7.15	35.5
						170	12.7		
						20	12.0		
						50	12.1		
						80	12.2		
						100	12.1		
						130	12.3		
						150	13.0		
						170	14.5		

(備考)

\*: Co-Ni-Mo-Cu系完全合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

	完全合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 ポリマー、固状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 180°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
								圧粉密度 (kg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例75	1000	4.0	f (0.03)	x (0.2)	ステアリン酸リチウム (0.2) + ヒドロキシステアリン 酸リチウム(0.05) + ラウリン酸カルシウム (0.05)	20	10.8	7.28	22.3
						50	10.8		
						80	10.9		
						100	10.9		
						130	11.0		
						150	11.3		
比較例29	1000	4.0	—	x (0.2)	ステアリン酸リチウム (0.2) + ヒドロキシステアリン 酸リチウム(0.05) + ラウリン酸カルシウム (0.05)	20	11.7	7.25	26.1
						50	11.7		
						80	11.8		
						100	11.7		
						130	11.8		
						150	12.1		
比較例30	1000	4.0	—	—	—	170	13.3	7.21	38.9
						20	12.4		
						50	12.4		
						80	12.5		
						100	12.5		
						130	12.8		
						150	13.9		
						170	14.6		

(備考)

\*: Ni-Cu-Mo系完全合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

\*\*\*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

【0182】〔実施例17〕平均粒径約80 $\mu$ mの粉末冶金用Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉と平均粒径23 $\mu$ mの天然黒鉛を混合し、得られた混合物に、ステアリン酸(融点: 70.1°C) 0.15重量%、ステアリン酸リチウム(融点: 230°C) 0.15重量%およびメラミンシアヌル酸付加化合物0.15重量%を添加し、混合しながら160°Cに加熱した。

【0183】次に、混合しながら110°Cに冷却し、各種

オルガノアルコキシシランを適量噴霧し、高速ミキサーで攪拌翼回転数: 1000rpmの条件下、1分間混合する予備処理C3を施した。予備処理C3で添加した表面処理剤の種類および添加量を表30、表31に示す。表30、表31の表面処理剤の欄に記載した記号の内容は、表16に示す通りである。

【0184】次に、得られた粉末混合物の各々について、混合しながら85°C以下に冷却し、ステアリン酸リチ



ウム（融点：230℃）またはラウリン酸カルシウム（融点：170℃）の内少なくとも1種を合金鋼粉に対して計0.3重量%添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（発明例76、77）。なお、比較のために、上記予備処理C3を施さない以外は上記発明例76、77と同様にし、粉末混合物を得た（比較例31、33）。

【0185】また、上記予備処理C3を施さない合金鋼粉と平均粒径約23 $\mu$ mの天然黒鉛を、潤滑剤を全く添加せずに混合し、発明例76、77と同様に処理し、粉末混合物を得た（比較例32、34）。次に、得られた各粉末混合物100gを、20～150℃の所定の温度に加熱した後、排出孔径5mm $\Phi$ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、流動性を調べた。

【0186】さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を、150℃に加熱しつつ、7ton/cm<sup>2</sup>の成形圧力で11mm $\Phi$ のタブレットに

成形し、成形時の抜出力と圧粉体密度を測定した。実験結果を表30、31に示す。比較例31、33と発明例76、77とのそれぞれの比較から明らかなように、表面処理剤による処理を施した場合、混合粉の各温度での流動性が格段に改良されている。

【0187】また、比較例32、34と発明例76、77とのそれぞれの比較から明らかなように、各種潤滑剤を添加せずに表面処理剤による処理を施した鉄粉を用いた混合粉は、流動性が劣化するばかりか、圧粉体密度が低下し、かつ抜出力が増大している。一方、本発明によれば、鉄基粉末の表面処理の効果に加えて、潤滑剤の効果によって、流動性の改善および良好な成形性が実現されている。

【0188】

【表30】

	部分合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
							圧粉密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例76	1000	3.0	e (0.03)	ステアリン酸リチウ ム (0.2) + ラウリン酸カルシウ ム (0.1)	20	11.4	7.36	18.7
					50	11.4		
					80	11.5		
					100	11.4		
					130	11.5		
					150	11.7		
比較例31	1000	3.0	—	ステアリン酸リチウ ム (0.2) + ラウリン酸カルシウ ム (0.1)	20	12.2	7.33	22.5
					50	12.3		
					80	12.4		
					100	12.3		
					130	12.5		
					150	12.7		
比較例32	1000	3.0	—	—	20	12.7	7.28	35.2
					50	12.8		
					80	12.9		
					100	12.8		
					130	13.0		
					150	13.2		

備考)

\*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

	部分合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (鋼粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm <sup>2</sup>	
							圧粉密度 (Mg/cm <sup>3</sup> )	抜出力 (MPa)
発明例77	1000	3.0	f (0.03)	ステアリン酸リチウ ム (0.2)	20	11.5	7.37	19.6
					50	11.5		
					80	11.6		
					100	11.5		
					130	11.6		
					150	11.8		
比較例33	1000	3.0	—	ステアリン酸リチウ ム (0.2)	20	12.3	7.36	27.5
					50	12.4		
					80	12.5		
					100	12.4		
					130	12.6		
					150	12.8		
比較例34	1000	3.0	—	—	20	12.9	7.28	38.6
					50	13.0		
					80	13.1		
					100	13.0		
					130	13.2		
					150	13.4		

備考)

\*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉

\*\*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

## 【0190】

【発明の効果】本発明によれば、常温のみならず温間においても優れた流動性が得られる粉末冶金用鉄基粉末混合物を提供することが可能となった。さらに本発明によれば、優れた流動性を有すると共に、常温および温間に

おいて、成形時の抜出力が低減され、成形性が改善された粉末冶金用鉄基粉末混合物を提供することが可能となった。また、本発明の粉末混合物を用い、所定の温度範囲の温間成形を行うことにより、高密度の成形体を製造でき、産業上格段の効果を奏する。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 1 O M 127/04

C 1 O M 131/00

131/00

139/00

Z

139/00

139/04

139/04

155/02

155/02

159/04

159/04

171/06

171/06

B 2 2 F 3/02

M

// C 1 O N 10:08

20:06

30:08

40:24

40:36

50:08

70:00